



TUGAS AKHIR - TL 141584

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN *REDUCED GRAPHENE OXIDE* TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK DARI KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE OKSIDASI SERBUK ZINK DAN REDUKSI GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI *RHODAMINE B*

BOY BASTIAN PARDEDE
NRP. 0251144000111

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018

(halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL 141584

**THE ANALYSIS OF EFFECT *REDUCED*
GRAPHENE OXIDE ADDITION TO THE
PHOTOCATALYTIC PROPERTIES OF ZnO/rGO
WITH OXIDATION ZINC POWDER AND
REDUCTION GRAPHITE OXIDE METHODS FOR
DEGRADATION OF RHODAMINE B**

BOY BASTIAN PARDEDE
NRP. 02511440000111

Advisor
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

DEPARTEMENT OF MATERIALS ENGINEERING
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2018

(halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN *REDUCED GRAPHENE OXIDE* TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK DARI KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE OKSIDASI SERBUK ZINK DAN REDUKSI GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI *RHODAMINE B*

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada
Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

BOY BASTIAN PARDEDE

NRP. 02511440000111

Disetujui Oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir :

1. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.....(Pembimbing I)

2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.....(Pembimbing II)



(halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN *REDUCED GRAPHENE OXIDE* TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK dari KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE OKSIDASI SERBUK ZINK DAN REDUKSI GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI *RHODAMINE B*

Nama Mahasiswa : Boy Bastian Pardede
NRP : 02511440000111
Departemen : Teknik Material
Dosen pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Co-pembimbing : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstrak

Rhodamine-B merupakan salah satu zat pewarna tekstil yang berbahaya bagi lingkungan dan manusia. Sudah banyak metode yang digunakan untuk meminimalisir dan mengatasi permasalahan limbah ini. Namun, sejauh ini metode-metode tersebut membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal sehingga kurang efektif diterapkan di Indonesia. Salah satu metode yang relatif murah dan mudah diterapkan di Indonesia, yaitu fotodegradasi. Prinsipnya menggunakan fotokatalis yang berasal dari bahan semikonduktor. Pada penelitian kali ini, fotokatalis yang digunakan adalah semikonduktor ZnO yang dikompositkan dengan *reduced graphene oxide*. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 5%, 10%, dan 15% pada ZnO terhadap sifat fotokatalitik ZnO/*reduced graphene oxide* untuk degradasi *Rhodamine-B*. Pembuatan *reduced graphene oxide* dilakukan dengan modifikasi metode Hummer dan ZnO disintesis dari oksidasi *precursor* serbuk zink (Zn). Proses karakterisasi yang dilakukan adalah XRD, SEM, FTIR, UV-Vis, GCMS, dan pengujian fotokatalitik. Dari hasil pengujian fotokatalitik didapatkan bahwa ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* 15% memiliki tingkat efisiensi degradasi paling besar yaitu sebesar 92.67%.

Kata Kunci : *Fotokatalitik, Rhodamine-B, ZnO/Reduced graphene oxide*

(halaman ini sengaja dikosongkan)

THE ANALYSIS OF EFFECT *REDUCED GRAPHENE OXIDE* ADDITION TO THE PHOTOCATALYTIC PROPERTIES OF ZnO/rGO WITH OXIDATION ZINC POWDER AND REDUCTION GRAPHIT OXIDE METHODS FOR DEGRADATION OF RHODAMINE B

Name	: Boy Bastin Pardede
NRP	: 02511440000111
Departement	: Teknik Material
Advisor	: Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Co-Advisor	: Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

Abstract

Rhodamine-B is one of the textile dyes that are harmful to the environment and humans. Many technological methods are used to minimize and solve this waste problem. However, so far these methods require operational costs are quite expensive so less effective applied in Indonesia. One method that is relatively cheap and easy to implement in Indonesia, namely photodegradation. Principally use a photocatalyst derived from a semiconductor material. In this study, the photocatalyst used is a ZnO semiconductor coated with *reduced graphene oxide*. This study aims to analyze the effect of *reduced graphene oxide* addition of 5%, 10%, and 15% on ZnO on the photocatalytic properties of ZnO / *reduced graphene oxide* for Rhodamine-B degradation. The preparation of *reduced graphene oxide* is done by modifying the Hummer and ZnO methods synthesized from the oxidation of zinc powder precursors (Zn). The characterization process performed is XRD, SEM, FTIR, UV-Vis, GCMS, and photocatalytic testing. From the results of photocatalytic testing found that ZnO with the addition of *reduced graphene oxide* 15% has the highest rate of degradation efficiency of 92.67%.

Keywords: Photocatalytic, Rhodamine-B, ZnO / *Reduced graphene oxide*

(halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan karunia yang telah diberikan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul **“ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN *REDUCED GRAPHENE OXIDE* TERHADAP SIFAT FOTOKATALITIK dari KOMPOSIT ZnO/rGO DENGAN METODE OKSIDASI SERBUK ZINK DAN REDUKSI GRAFIT OKSIDA UNTUK DEGRADASI *RHODAMINE B*”** yang menjadi salah satu syarat kelulusan Sarjana Teknik (S.T.) Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Penulis juga ingin mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah memberikan dukungan dan bimbingan kepada penulis hingga Tugas Akhir ini diselesaikan. Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orangtua dan seluruh keluarga penulis yang telah memberikan dukungan baik berupa moral, moril dan doa.
2. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D dan Bapak Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T. sebagai dosen pembimbing Tugas Akhir.
3. Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng. selaku Ketua Jurusan Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
4. Bapak Mas Irfan Purbawanto Hidayat, S.T., M.Sc., Ph.D selaku dosen wali yang membimbing penulis selama menjadi mahasiswa di Jurusan Teknik Material.
5. Seluruh dosen Teknik Material yang telah memberikan ilmu yang dapat menjadi bekal untuk masa yang akan datang.
6. Mba Yenny Widya Rakhmawati dan teman teman tim *reduced graphene oxide* Lab. Kimia Material dimana

- sering membantu penulis dalam penelitian ini.
7. Seluruh teman teman MT 16 yang telah membantu dan mendukung penulis.
 8. Seluruh teman-teman ABISS yang telah membantu dalam dukungan moral dan doa.
 9. Seluruh pihak, pegawai dan petugas penguji yang telah membantu dalam penulisan laporan ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi semua.

Surabaya, Juni 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 ZnO (<i>Zinc Oxide</i>)	5
2.2 <i>Reduced graphene oxide</i>	8
2.2.1 Karakteristik <i>Reduced graphene oxide</i>	10
2.2.2 Sintesis <i>Reduced graphene oxide</i>	13
2.2.2.1 Grafit Oksida	15
2.2.2.2 <i>Reduced Reduced graphene oxide Oxide</i>	17
2.3 Fotokatalitik	18
2.4 Zat Warna <i>Rhodamine B</i>	19
2.5 Penelitian Sebelumnya	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan	22
3.2 Alat.....	22
3.3 Metode Penelitian.....	23
3.3.1 Sintesis Grafit Oksida.....	24
3.3.2 Sintesis Komposit ZnO/rGO.....	27
3.4 Pengujian.....	28

3.4.1 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) dan EDX	28
3.4.2 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	30
3.4.3 Spektrometri UV-Vis.....	33
3.4.4 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)...	34
3.4.5 GC-MS <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometer</i> ...	36
3.4.5.1 Instrumen GCMS.....	36
3.4.5.2 Prinsip Kerja GCMS	39
3.4.6 Pengujian Fotokatalitik.....	41
3.5 Jadwal Kegiatan	44
3.6 Rancangan Penelitian	45
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Pengujian XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	46
4.2 Hasil Pengujian SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) dan EDX.....	52
4.3 Hasil Pengujian FTIR (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)	59
4.4 Hasil Pengujian GC-MS (<i>Gas Chromatography-Mass Spectrometer</i>)	64
4.5 Pengujian UV Vis.....	65
4.6 Pengujian Fotokatalitik.....	67
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 KESIMPULAN	73
5.2 SARAN	73
DAFTAR PUSTAKA.....	xix
LAMPIRAN	xxv
BIODATA PENULIS.....	liii

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 <i>Zinc Oxide</i>	5
Gambar 2.2 Permukaan <i>reduced graphene oxide</i>	9
Gambar 2.3 Kisi Heksagonal <i>reduced graphene oxide</i>	10
Gambar 2.4 Hasil pengujian SEM material rGO	11
Gambar 2.5 Hasil pengujian XRD grafit oksida dan rGO	12
Gambar 2.6 Hasil pengujian FTIR grafit oksida dan <i>reduced graphene oxide</i>	13
Gambar 2.7 Alur proses sintesis <i>reduced graphene oxide</i>	14
Gambar 2.8 Diagram alir sintesis <i>reduced graphene oxide</i>	15
Gambar 2.9 Mekanisme fotokatalis	18
Gambar 2.10 Struktur kimia senyawa <i>Rhodamine B</i>	20
Gambar 3.1 Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida	24
Gambar 3.2 Flowchart proses sintesis komposit ZnO/ <i>reduced graphene oxide</i>	27
Gambar 3.3 Skema kerja SEM (a), Scanning Electron Microscopy (SEM) Inspect S50 (b)	29
Gambar 3.4 Metode Difraksi X-Rays 24	31
Gambar 3.5 Instrumen XRD PAN Alytical	32
Gambar 3.6 Instrumen Spektrofotometri UV-Vis	33
Gambar 3.7 Alat uji FTIR	34
Gambar 3.8 Skema Prinsip Kerja FTIR	35
Gambar 3.9 Diagram alir Kromatografi Gas-Cair	37
Gambar 3.10 Diagram alir pengujian fotokatalitik	42
Gambar 3.11 Pengujian fotokatalitik	44
Gambar 4.1 Hasil uji XRD pada grafit, grafit oksida dan <i>reduced graphene oxide</i>	46
Gambar 4.2 Hasil uji XRD sampel ZnO dan Komposit ZnO/rGO 5%, ZnO/rGO 10%, ZnO/rGO 15%.	49
Gambar 4.3 Hasil pengujian SEM 5000x (a) grafit, (b) grafit oksida, (c) <i>reduced graphene oxide</i>	52
Gambar 4.4 Hasil pengujian SEM 10000x (a) ZnO, (b) ZnO/rGO 5%, (c) ZnO/rGO 10%, (d) ZnO/ <i>reduced graphene oxide</i> 15%	54

Gambar 4.5 Hasil pengujian kurva EDX untuk ZnO	55
Gambar 4.6 Hasil pengujian EDX untuk ZnO/rGO 5%.....	56
Gambar 4.7 Hasil EDX untuk ZnO/rGO 10%	57
Gambar 4.8 Hasil kurva EDX untuk ZnO/rGO 15%	58
Gambar 4.9 Hasil uji FTIR grafit oksida dan rGO.....	60
Gambar 4.10 Hasil uji FTIR (a) ZnO, (b) ZnO/rGO 5%, (c) ZnO/rGO 10%, dan (d) ZnO/rGO 15%	61
Gambar 4.11 Hasil uji UV Vis <i>Rhodamine B</i>	63
Gambar 4.12 Kurva regresi linear	64
Gambar 4.13 Diagram absorbans hasil degradasi rhodamine b oleh katalis ZnO dan komposit ZnO/rGO dengan variasi penambahan massa 5%, 10% dan 15%.....	66
Gambar 4.14 Diagram konsentrasi hasil degradasi <i>rhodamine b</i> oleh katalis ZnO dan komposit ZnO/rGO <i>oxide</i> dengan variasi penambahan massa 5%, 10% dan 15%	68
Gambar 4.15 Diagram batang efisiensi degradasi <i>rhodamine b</i> oleh ZnO dan komposit ZnO dengan penambahan variasi <i>grapehene</i>	75

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat ZnO secara umum	6
Tabel 2.2 Perbandingan sifat material rGO dari material yang berbeda	9
Tabel 2.3 Penelitian Sebelumnya	21
Tabel 3.1 Informasi hasil Pengujian XRD	32
Tabel 3.2 Jadwal Kegiatan	45
Tabel 3.3 Rancangan Penelitian	45
Tabel 4.1 Hasil perhitungan nilai d_{spacing} dari sampel grafit, grafit oksida, dan <i>reduced graphene oxide</i>	48
Tabel 4.2 Hasil perhitungan nilai ukuran kristal dari sampel ZnO, komposit ZnO/rGO 5%, komposit ZnO/rGO 10%, dan komposit ZnO/rGO 15%	51
Tabel 4.3 Komposisi unsur penyusun ZnO	55
Tabel 4.4 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 5%	56
Tabel 4.5 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 10%	57
Tabel 4.6 Komposisi unsur penyusun ZnO/rGO 15%	58
Tabel 4.7 Hasil pengujian GCMS.....	64
Tabel 4.8 Nilai Absorbansi Larutan Standar <i>Rhodamine B</i>	66
Tabel 4.9 Nilai absorbansi hasil degradasi ZnO dan komposit ZnO/ <i>reduced graphene oxide</i> dengan variasi massa 5%,10% dan 15%.....	67

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada era perindustrian ini limbah industri menjadi semakin bertambah seiring dengan aktivitas perindustrian yang semakin pesat. Berbagai jenis limbah logam berat dan organik yang dihasilkan industri seperti industri tekstil, kertas, kosmetik, makanan dan obat-obatan menjadi permasalahan serius bagi kesehatan dan lingkungan. Akibatnya beban pencemaran lingkungan semakin berat, sedangkan kemampuan alam untuk menerima beban limbah terbatas. Dari berbagai limbah industri yang ada, terdapat limbah senyawa organik berwarna yang sulit untuk diurai. Pembuangan limbah berwarna ke lingkungan berdampak penetrasi cahaya di perairan yang tercemar menjadi berkurang (Prado *et al.*, 2008). Selain mengurangi penetrasi cahaya, senyawa organik berwarna juga dapat berefek toksik bagi flora dan fauna air karena mengandung senyawa aromatik, logam, khlorida, dll. (Dhaneshvar *et al.*, 2007).

Salah satu jenis zat pewarna yang sering digunakan baik dikalangan industri maupun masyarakat luas adalah *rhodamine B* (RhB). Dalam dunia industri *rhodamine B* digunakan untuk pembuatan pewarna kapas wol, kertas, sutera, jerami, kulit dan bambu. *Rhodamine B* dapat memberikan warna yang cerah, praktis digunakan dan harganya relatif murah. Masuknya zat warna RhB dalam perairan merupakan permasalahan lingkungan yang serius. Zat warna akan mempengaruhi pH air lingkungan yang menyebabkan terganggunya mikroorganisme dan hewan air (Laksono, 2009). Masuknya molekul rhB dalam tubuh manusia dapat menimbulkan masalah serius karena dapat menyebabkan iritasi saluran pernafasan, iritasi kulit, iritasi pada mata, iritasi pada saluran pencernaan, keracunan dan kanker hati (Trestianti, 2003). Melihat tingginya tingginya tingkat toksisitas RhB, maka perlu dilakukan penelitian untuk mendegradasi senyawa tersebut.

Banyak metode teknologi yang digunakan untuk meminimalisir dan mengatasi permasalahan limbah warna ini,



seperti metode filtrasi, presipitasi, adsorpsi dengan karbon aktif dan ozonisasi (Junnarka *et al.*, 2010). Metode-metode tersebut membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal sehingga kurang efektif diterapkan di Indonesia (Fatimah. dkk, 2006). Salah satu metode yang relatif murah dan mudah diterapkan di Indonesia, yaitu fotodegradasi. Prinsipnya menggunakan fotokatalis yang berasal dari bahan semikonduktor, seperti TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , CdS , dan sebagainya. Fotokatalis berperan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Di antara bahan semikonduktor, TiO_2 dan ZnO adalah bahan yang paling sering dipakai dalam proses fotokatalis (Sakthive *et al.*, 2003).

Pada penelitian ini, ZnO dipilih karena memiliki efisiensi fotokatalis lebih tinggi dari TiO_2 . Hal ini disebabkan karena proses penyerapan sinar UV dari spektrum matahari oleh ZnO lebih kuat daripada TiO_2 (Tanaka, 2000). Selain itu, ZnO adalah bahan fotokatalis yang efisien untuk proses detoksifikasi limbah air karena menghasilkan H_2O_2 lebih efisien dari fotokatalis lain (Carraway, 1994). Terlebih lagi, ZnO dikenal memiliki stabilitas yang baik, sensitivitas yang tinggi, dan biaya pembuatan yang relatif murah (Yadav dkk., 2012). Tapi, ZnO hanya bisa menyerap sinar ultraviolet (UV) untuk menghasilkan foto elektron dan lubang dan pasangan elektron-lubang fotoinduced yang mudah rekombinasi. Untuk mengatasi masalah ini, banyak pendekatan telah dirancang untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik ZnO , seperti pembuatan nanocrystallites terionisasi ZnO (R. Khan, 2014), sensitifikasi foto permukaan (Yarahmadi, 2014), *depositing noble metals* (Yang, 2013), dan pembentukan komposit berbasis karbon (Chen, 2013).

Reduced graphene oxide, sebagai material karbon yang baru, dianggap sebagai salah satu yang paling menjanjikan untuk bahan material komposit, karena luas permukaan teoritisnya yang besar, mobilitas elektron yang sangat baik, dan transparansi yang tinggi (K. Ullah, 2014). Oksida *reduced graphene oxide* dimodifikasi oleh kelompok fungsional oksigen di tepi lembaran *reduced graphene oxide*, sangat memudahkan penggabungannya



dengan fotokatalis semikonduktor. *Reduced graphene oxide* memberi komposit sejumlah besar lokasi penyerapan aktif karena luas permukaan teoritisnya yang besar ($2630 \text{ m}^2 / \text{g}$), yang menyebabkan kapasitas penyerapan polutan organik yang sangat baik (Zhao, 2012). Sifat-sifat *reduced graphene oxide* tersebut yang mendukung untuk dijadikan paduan komposit demi meningkatkan sifat fotokatalitik. Menggabungkan nanocrystals semikonduktor dengan *reduced graphene oxide* tidak hanya dapat mengurangi restocking lembaran *reduced graphene oxide* ultrathin (J. He, 2014), tetapi juga dapat mencegah agregasi dan *photocorrosion of nanocrystalyst* (Z. Chen, 2013). Dengan demikian, diyakini sebagai cara yang kredibel untuk mendapatkan aktifitas fotokatalitik yang fantantis. Sebagai contoh, *reduced graphene oxide* yang terikat dengan komposit TiO_2 (L.L.Tan, 2013), WO_3 (P.Q.Wang, 2013), atau CdS (J.Yu, 2014) telah banyak diteliti. Sebelumnya, telah dilakukan penelitian terkait aplikasi fotokatalitik yang menggunakan katalis ZnO dan penambahan material *reduced graphene oxide*, seperti (Chao,2014), (Zhang,2015), (Linyu,2018) dan (Sheng,2018).

Pada penelitian kali ini, semikonduktor ZnO akan dikompositkan dengan *reduced graphene oxide* yang dibuat dengan mengoksidasi serbuk zink dan mereduksi grafit oksida dengan variasi penambahan jumlah massa material *reduced graphene oxide* yang bertujuan meningkatkan sifat fotokatalitik dengan meningkatkan kapasitas penyerapan polutan. Hal ini sangat mendukung dalam upaya mendegradasi limbah pabrik rhodamine B.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang diatas, dapat diambil beberapa rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana cara mensintesis komposit $\text{ZnO}/\text{reduced graphene oxide}$ dengan metode oksidasi serbuk zink dan reduksi grafit oksida?



2. Bagaimana karakteristik komposit ZnO/*reduced graphene oxide* setelah penambahan *reduced graphene oxide*?
3. Bagaimana pengaruh penambahan *reduced graphene oxide* pada ZnO dalam peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradasi *rhodamine B*?

1.3 Batasan Masalah

Untuk menganalisis permasalahan dalam penelitian ini, terdapat Batasan masalah sebagai berikut:

1. Pengotor serbuk diabaikan.
2. Ukuran serbuk grafit dianggap sama.
3. Kecepatan stirring dan *magnetic stirring* dianggap konstan.
4. Temperatur dan tekanan udara sekitar dianggap konstan.
5. pH aquades dianggap netral.
6. Dianggap tidak ada *material loss* saat reaksi.
7. Volume air dan konsentrasi *rhodamine-b* dianggap sama.
8. Fluktuasi temperatur pada *furnace* diabaikan.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mensintesis komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan metode oksidasi serbuk zink dan reduksi grafit oksida.
2. Menganalisis karakteristik komposit ZnO/*reduced graphene oxide* setelah penambahan *reduced graphene oxide* dengan metode oksidasi serbuk zink dan reduksi grafit oksida.
3. Menganalisis pengaruh penambahan *reduced graphene oxide* pada ZnO dengan metode oksidasi zink dan reduksi grafit oksida dalam peningkatan sifat fotokatalitik untuk degradasi *rhodamine B*.



1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam aplikasi bidang nanomaterial pada pengolahan limbah pabrik.



(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Zinc Oxide* (ZnO)

Zinc oxide merupakan sebuah senyawa kimia dengan rumus molekul ZnO dan termasuk ke dalam jenis material semikonduktor (Ozgur, 2005). Di alam, ZnO dapat ditemukan sebagai mineral *zincite*. Biasanya, senyawa ini berbentuk serbuk putih seperti tampak pada **Gambar 2.1** dan hampir tidak larut dalam air dan alkohol tetapi larut dalam kebanyakan asam, seperti asam klorida (Greenwood *et al*, 1997). ZnO banyak digunakan sebagai aditif berbagai bahan dan produk termasuk plastik, keramik, kaca, semen, karet (misalnya ban mobil), pelumas (Hernandezbattez *et al*, 2008).



Gambar 2.1 *Zinc Oxide* (Nugroho dkk, 2004)

Zinc Oxide merupakan senyawa anorganik bahan semikonduktor tipe-n dengan lebar pita energi 3,2 eV – 3,3 eV pada suhu kamar. ZnO merupakan material unik dan menarik sehingga banyak diteliti dan dikembangkan seperti evaluasi sifat listrik, sifat fisis, struktur kristal, dan stuktur mikro.

Keuntungan penggunaan senyawa ZnO yaitu harganya murah, persediaan di alam dalam jumlah yang melimpah, struktur kimia stabil, mudah untuk dipreparasi, tidak beracun, dan kebanyakan *doping* material yang digunakan dengan senyawa ZnO



juga tersedia. Selain itu, kelebihan ZnO dari semikonduktor lainnya adalah bisa dioperasikan dalam lingkungan yang keras dan bersuhu tinggi serta resistansi yang lebih tinggi dari semikonduktor lainnya dalam keadaan radiasi energi tinggi (Nugroho dkk, 2004).

Sifat-sifat fisik dari nanostruktur ZnO sebagai mana tertera dalam **Tabel 2.1** adalah sifat fisik dasar bulk ZnO. Merupakan catatan penting bahwa ukuran dari material- material semikonduktor menyusut secara kontinu menuju ke skala nanometer atau bahkan lebih kecil dan beberapa dari sifat-sifat fisik mereka mengalami perubahan- perubahan dikenal dengan efek ukuran kuantum. Sebagai contoh, koefisien kuantum meningkatkan celah pita energi quasi-one-dimensional (Q1D) ZnO, yang ditunjukkan dengan *fotoluminesense*. Bandgap dari nonopartikel ZnO juga menunjukkan ketergantungan ukuran seperti itu. Spektroskopi serapan sinar-X (*X-ray absorption spectroscopy*) dan mikroskopi fotoelektron (*scanning photoelectron microscopy*) mengungkapkan peningkatan dari keadaan permukaan dengan turunnya besaran nanorod ZnO. Sifat ZnO secara umum terlihat pada **Tabel 2.1** (Ary, 2011).

Tabel 2.1 Sifat ZnO secara umum

Nama Lain	Zinc white Calamine
Sifat-sifat	
Rumus kimia	ZnO
Massa molar	81.408 g/mol
Tampilan	Padatan putih
Bau	Tidak berbau
Massa jenis	5.606 g/cm ³
Titik leleh	1975 °C (terdekomposisi)
Titik didih	2360 °C
Kelarutan dalam air	0.16 mg/100 mL (30°C)



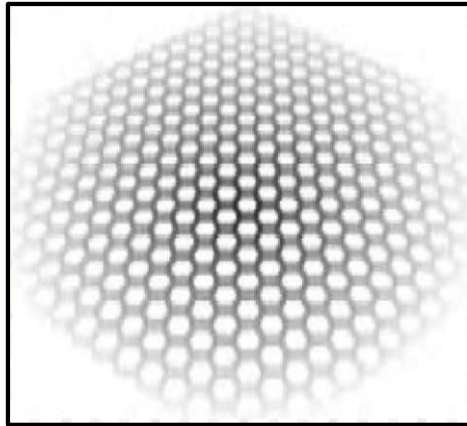
Celah pita energy	3.3 eV (langsung)
Termokimia	
Enthalpy std pembentukan $\Delta_f H_{0298}$	-348.0 kJ/mol
Entropi molar standard S_{0298}	43.9 J.K/mol
Sifat ZnO wurtzite	Nilai properti
Konstanta kisi (T=300 K)	a = 0.32469 nm (3.25 Å)
	c = 0.52069 nm (5.2 Å)
Rasio c/a	~ 1.60
Bidang epitaksial	(0001) (0001) (1120) (0001) (100)
Kisi tidak sepadan	1.9%, 0.08%, 5.5%, 18.6%
Kepadatan	5,606 g/cm ³
Titik leleh	2248 K
Konstanta dielektrik relative	8,66
Energy gap	3.4 eV
Konsentrasi pembawa intrinsic	< 10 ⁶ cm ⁻³
Energy ikatan eksiton	60 meV
Massa efektif electron	0,24
Mobilitas elektron (T = 300 K)	200 cm ² /Vs



Massa efektif hole	0,59
Mobilitas <i>hole</i> (T = 300 K)	5-50 cm ² /Vs
Indeks bias (n_o)	2.0041

2.2 Reduced graphene oxide

Reduced graphene oxide adalah susunan atom karbon dalam kerangka heksagonal serupa sarang lebah yang membentuk satu lembaran setipis satu atom seperti yang tampak pada **Gambar 2.2**. Penemuan *reduced graphene oxide* secara eksperimental terjadi tahun 2004 (Novoselov, 2004). *Reduced graphene oxide* merupakan satu lapis (tebal ~0.34 nm) atom karbon yang mengalami hibridisasi sp^2 (berikatan kovalen dengan 3 atom lainnya) dengan susunan kisi segi enam planar (*honeycomb lattice* 2D) membentuk struktur yang unik, baik sifat mekanik maupun kelistrikan (Basu dkk, 2012). Struktur *reduced graphene oxide* yang berbentuk heksagonal, menyebabkan *reduced graphene oxide* memiliki sifat yang baik antara lain mobilitas muatan yang tinggi (230,000 cm²/V-s) dengan 2.3% kemampuan penyerapan cahaya, konduktivitas termal yang tinggi (3000 W/m·K), kekuatan tarik tertinggi (130 GPa), dan luas permukaan yang besar (2600 m²/g) (Singh,2011).



Gambar 2.2 Permukaan *Reduced graphene oxide* (Terrones, dkk., 2010)

Selain itu dalam penelitiannya, Chaundhary, Luthra, dan Kumar (2013) membandingkan beberapa sifat-sifat material *reduced graphene oxide* dengan material lainnya seperti yang dilihat pada **Tabel 2.2**.

Tabel 2.2 Perbandingan sifat material *reduced graphene oxide* dari material yang berbeda

	Tembaga	CNT berdinding tunggal	CNT berdinding banyak	<i>Reduced graphene oxide</i>
Konduktivitas (S/m)	5.96×10^7	10^2	10^5	10^8
Titik leleh (K)	1356		3800 (grafit)	
Kekuatan tarik (Gpa)	0.22	22.2	11 – 63	
Konduktivitas panas ($\times 10^{-3}$ W/m.K)	0.385	1.75 – 5.8	3	3 - 5

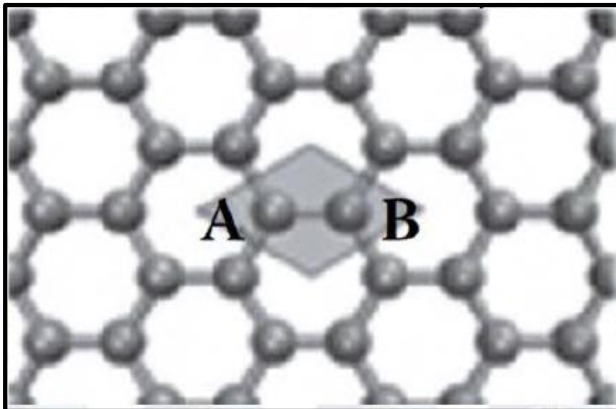


Koefisien ketahanan temperatur ($\times 10^{-3}/K$)	4	<1	-1.37	-1.47
Jalur bebas rata-rata pada temperatur ruang	40	10^3	2.5×10^4	10^3
Densitas arus maksimum (A/cm^2)	10^7	10^9	10^9	10^8

Sumber : Chaundhary, Luthra, dan Kumar (2013)

2.2.1 Karakterisasi *Reduced graphene oxide*

Reduced graphene oxide didefinisikan sebagai satu lapis atom karbon yang tersusun dalam kristal heksagonal seperti tampak pada **Gambar 2.3**.



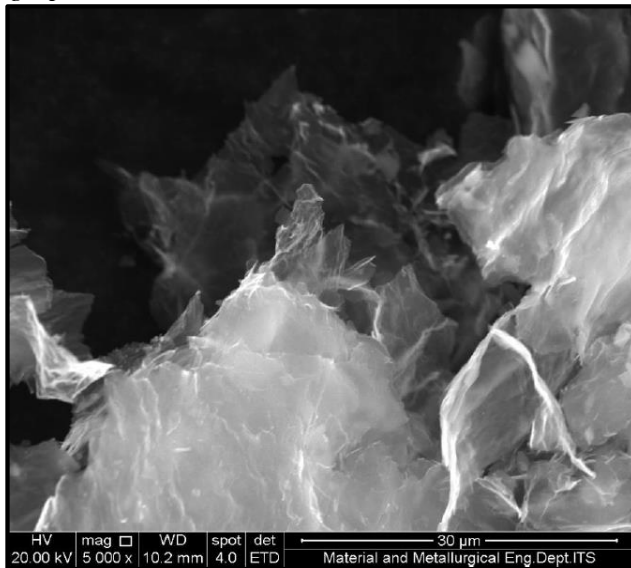
Gambar 2.3 Kisi Heksagonal *reduced graphene oxide* (Choi dan Lee, 2012)

Sel sederhana *reduced graphene oxide* tersusun atas dua atom yang tidak ekuivalen, A dan B, dan kedua sublattice ini dipisahkan satu dengan lainnya dengan jarak antar karbon-karbon ac-c = 1.44 Å. Sebuah atom karbon memiliki konfigurasi elektron



[He] $2s^2 2p^2$ sehingga memiliki empat elektron valensi. Dalam *reduced graphene oxide*, ikatan kimia antar atom karbon disebabkan oleh superposisi dari orbital $2s$ dengan $2p^x$ dan $2p^y$.

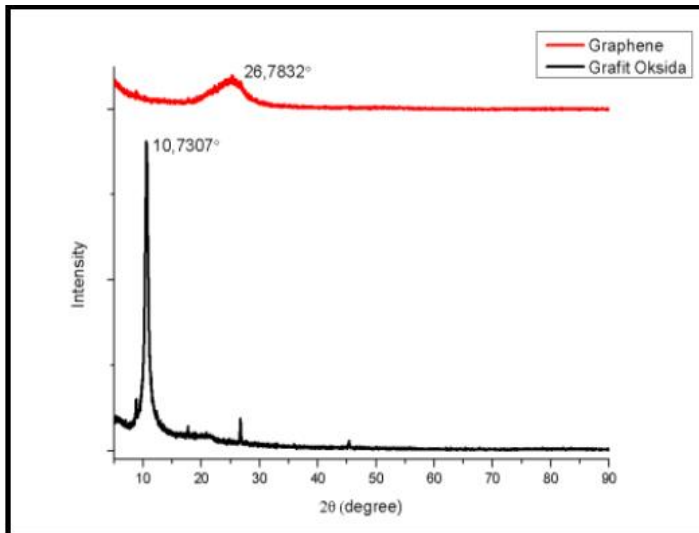
Morfologi *reduced graphene oxide* dapat dilihat dengan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) (**Gambar 2.4**). Pada daerah tersebut tampak beberapa daerah tipis yang menandakan adanya *single layer reduced graphene oxide*. Daerah yang lebih tebal merupakan morfologi dari *few-layer reduced graphene oxide*. Ketebalan *reduced graphene oxide* dapat dilihat dari warna dimana semakin cerah menunjukkan bertambahnya ketebalan struktur *reduced graphene oxide* (Safitri dkk, 2017).



Gambar 2.4 Hasil SEM Material *Reduced graphene oxide* perbesaran 10.000x (Safitri dkk, 2017)

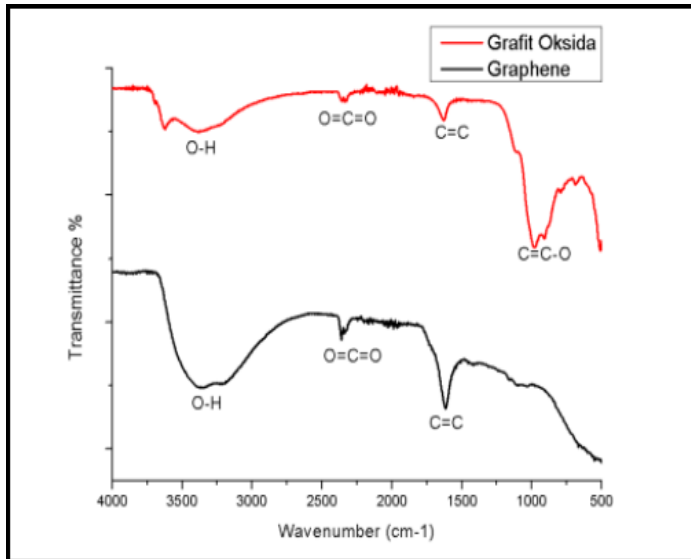


Selain SEM, untuk menjelaskan struktur dari *reduced graphene oxide* dilakukan juga uji XRD (*X-Ray Diffraction*) dan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) dan seperti tampak pada **Gambar 2.5** dan **Gambar 2.6**. Pada **Gambar 2.5** dapat dilihat perbedaan letak puncak peak XRD antara grafit oksida dan *reduced graphene oxide*. Selain itu, grafit oksida dikenal memiliki bentuk kristal yang kristalin dan *graphne* memiliki bentuk kristal amorf.



Gambar 2.5 Hasil Pengujian XRD Grafit Oksida dan *Reduced graphene oxide* (Lita dkk, 2014)

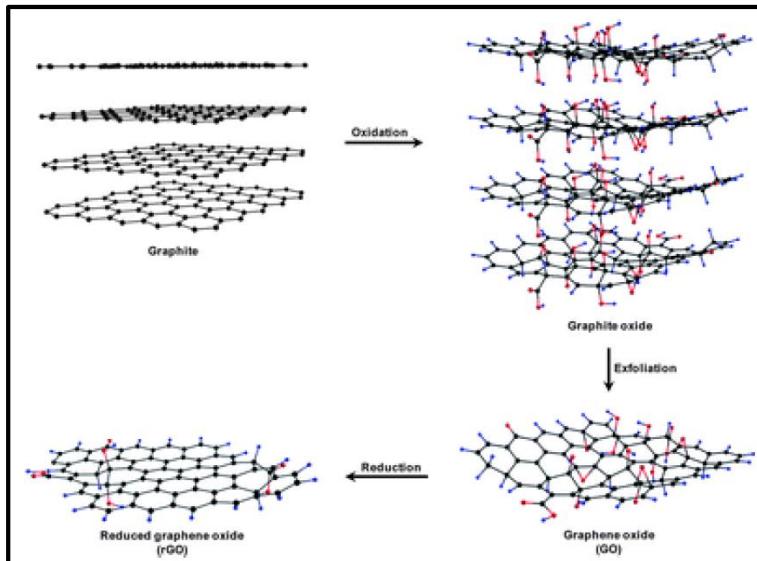
Selain XRD, jenis ikatan dari *reduced graphene oxide* dapat diidentifikasi melalui spektrum FTIR. Pada **Gambar 2.6** menunjukkan perbedaan spektrum FTIR antara grafit oksida (GO) dan *Reduced graphene oxide* (Lita dkk, 2014). Terdapat beberapa ikatan antara atom O, C dan H pada material ini dikarenakan material *reduced graphene oxide* berbahan dasar atom karbon.



Gambar 2.6 Hasil Pengujian FTIR Grafit Oksida dan *Reduced graphene oxide* (Lita dkk,2014)

2.2.2 Sintesis *Reduced graphene oxide*

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis *reduced graphene oxide* dalam hal jumlah lapisan, luas, dan bentuknya. Sintesis *reduced graphene oxide* dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu CVD (*chemical vapor decomposition*), *micromechanical exfoliation* dengan menggunakan *scotch tape*, dan penumbuhan epitaxial diatas substrate SiC. Namun metode *microchemical exfoliation* tidak efisien untuk dilakukan, sedangkan metode CVD dan penumbuhan *epitaxial* membutuhkan biaya yang sangat mahal.



Gambar 2.7 Alur Proses Sintesis material *Reduced graphene oxide* dari Grafit (Singh, dkk., 2011)

Adapun cara lain untuk melakukan sintesis *reduced graphene oxide* adalah menggunakan metode sintesis secara kimia melalui sintesis grafit oksida (GO) terlebih dahulu kemudian ikatan oksida pada GO direduksi dengan menggunakan suatu senyawa kimia agen pereduksi. Sintesis GO secara kimia menggunakan bubuk grafit yang dioksidasi dengan asam kuat disebut dengan metode Hummer. Metode ini dikenal dengan cara kotor untuk memperoleh *reduced graphene oxide*, karena hasil sintesisnya masih mengandung atom-atom pengotor yang berikatan pada struktur karbon penyusun *reduced graphene oxide* (Hummer, 1959) Alur pembuatan *reduced graphene oxide* dengan metode Hummer adalah sebagai berikut:



Gambar 2.8 Diagram alir dari sintesis *reduced graphene oxide* diturunkan dari grafit oksida (Choi, et al. 2012)

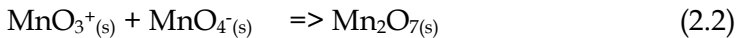
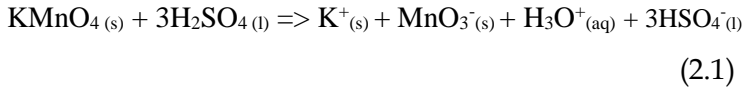
Kelebihan mensintesis *reduced graphene oxide* dengan model ini, adalah *reduced graphene oxide* yang diperoleh bisa dalam jumlah yang banyak. Selain itu, peralatan yang digunakan tergolong mudah dan tidak terlalu susah dalam aplikasinya. Sedangkan kekurangan dari metode ini, adalah *reduced graphene oxide* yang dihasilkan cenderung mempunyai tingkat *defect* atau cacat yang tinggi, karena permukaan *reduced graphene oxide* berkali-kali bersentuhan langsung dengan senyawa kimia baik itu oksidator maupun reduktor, sehingga terdapat banyak *impurities* dan struktur yang tidak sempurna pada permukaan *reduced graphene oxide*. Selain itu, konduktivitas material yang dihasilkan juga sangat rendah.

2.2.2.1 Grafit Oksida

Proses oksidasi grafit menjadi grafit oksida dilakukan dengan menggunakan metode *Hummer*. Metode *Hummer* menggunakan larutan NaNO_3 , H_2SO_4 , KMnO_4 , dan H_2O_2 . Produk oksidasi kemudian dimurnikan dengan pencucian 5% HCl , dan dilanjutkan dengan pencucian aquades (Tien. 2012). Mn_2O_7 merupakan oksidan (*dihydroxylations*) dari permanganate. Terbentuk larutan berwarna ungu dari hasil reaksi KMnO_4 dengan H_2SO_4 . Aktivasi ion MnO_4^- yang sangat *reaktif* hanya terjadi pada kondisi asam sesuai **persamaan 2.1** dan **persamaan 2.2**. Transformasi MnO_4^- menjadi bentuk yang lebih reaktif Mn_2O_7 akan sangat membantu mengoksidasi grafit, tetapi membentuk larutan yang dapat meledak jika mengalami pemanasan melebihi 55°C . Tromel dan Russ telah membuktikan kemampuan Mn_2O_7 dalam memilih oksida berikatan rangkap alifatik lebih ikatan rangkap aromatik. Hal ini merupakan gambaran penting struktur



grafit dan proses reaksi yang terjadi selama oksidasi (Dreyer, et al. 2009).



Grafrit dicampurkan dengan H_2SO_4 pada temperatur 0°C . Kemudian di-*stirring* dengan penambahan KMnO_4 secara bertahap. Proses *stirring* harus dijaga pada temperatur dibawah 35°C selama 24 jam. Proses berikutnya adalah penambahan aquades pada campuran. Karena penambahan aquades pada H_2SO_4 akan melepaskan sejumlah panas, maka temperaturnya harus dikontrol kurang dari 100°C . 30% H_2O_2 harus ditambahkan dalam campuran untuk mereduksi sisa KMnO_4 . Ketika hidrogen peroksida ditambahkan maka terbentuk gelembung-gelembung dan warna larutan berubah menjadi kuning cerah. Selanjutnya untuk menghilangkan ion-ion dari aquades maka campuran harus dicuci dengan menggunakan HCl 5%. Produk campuran kemudian dikeringkan pada temperatur 120°C selama 12 jam (Wu, et al. 2015).

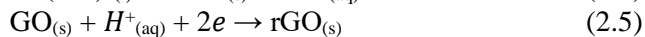
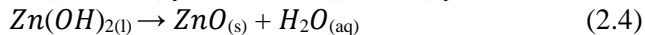
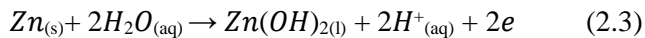
Namun, produk Hummer biasanya adalah bagian intinya berupa grafit sedangkan bagian luarnya adalah oksida grafit (GO). Untuk mengatasi hal ini, maka perlu dilakukan perlakuan sebelum melakukan proses Hummer untuk meningkatkan derajat oksidasi. Metode pra-oksidasi ini pertama kali diperkenalkan oleh Kovtukhova (1999), Grafit dicampurkan dengan H_2SO_4 , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ dan P_2O_5 dijaga pada temperatur 80°C selama 6 jam. Hasil campuran kemudian dicuci dengan air dan dikeringkan. Selain dengan Pra-oksidasi, untuk menghasilkan produk GO yang sempurna metode Hummer juga dapat dimodifikasi dengan menambah jumlah potassium permanganat.



2.2.2.2 Reduksi Grafit Oksida

Grafit oksida memiliki struktur berlapis yang sama seperti grafit, namun bidang dari atom karbon pada grafit oksida dihiasi oleh kelompok gugus oksigen, yang tidak hanya memperlebar jarak antar lapisan tetapi juga membuat lapisan atom hidrofilik. Maka lapisan teroksidasi ini dapat diperlebar jarak antar layer-nya dengan proses ultrasonikasi menghasilkan *reduced graphene oxide* oksida. *Reduced graphene oxide* oksida ini yang akan direduksi menjadi *reduced graphene oxide* dengan menghilangkan gugus fungsi oksigen dan memperbaiki strukturnya.

Zhi -gang dkk (2012) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa proses reduksi GO menggunakan serbuk Zn akan terjadi sesuai dengan **persamaan 2.3**, **persamaan 2.4** dan **persamaan 2.5**.



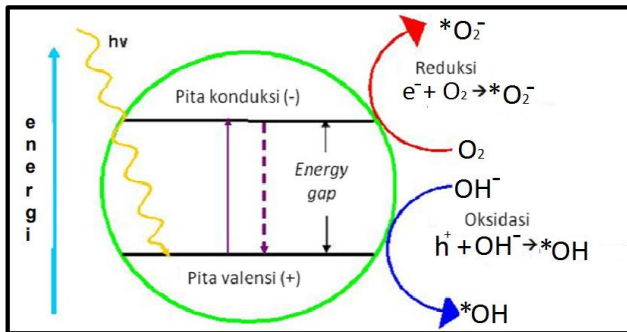
Mekanisme ini diyakini melibatkan reduksi gugus fungsi oksigen dengan media Zn dalam kondisi asam dan penyusunan kembali ikatan atom σ pada struktur karbon. Deoksigenasi dari epoksi ke olefin dapat disebabkan oleh beberapa reagen termasuk logam seperti Zn (Gambar 2.4). Beberapa literatur menyatakan dengan memperhatikan keberadaan Zn di dalam H_2SO_4 sangat efektif untuk deoksigenasi epoksi baik secara langsung maupun bertahap. Deoksidasi secara bertahap akan dilanjutkan dengan pembentukan gugus hidroksil. Di sisi lain, gugus karboksil akan tereduksi oleh Zn menjadi alkohol dalam media asam. Pertumbuhan gugus hidroksil melalui deoksigenisasi epoksi dan reduksi gugus karbonil dalam kondisi asam hingga menghasilkan olefin. Logam sulfat merupakan katalis dari proses dehidrasi alkohol. Proses dekarboksilasi dari asam karboksil dapat dikatalis oleh asam hingga menjadi olefin. Dekarboksilasi sangat menguntungkan karena terjadi perluasan konjugasi dalam struktur karbon (Dey dkk, 2012).



2.3 Fotokatalisis

Fotokatalisis dirangkai dari dua buah kata, yakni foto dan katalis. Foto dapat didefinisikan sebagai suatu sinar, sedangkan katalis didefinisikan sebagai suatu zat yang mempercepat reaksi. Dapat diartikan bahwa fotokatalis adalah suatu proses untuk mempercepat reaksi yang berjalan karena adanya cahaya dengan menggunakan katalis. Dalam media air, senyawa organik dapat dioksidasi menjadi karbondioksida dan air. Berarti proses tersebut dapat membersihkan air dari pencemar organik

Aktivitas fotokatalis bergantung pada kemampuan katalis untuk menghasilkan sepasang *electron-hole* pada pita valensinya. *Holes* ini kemudian akan berfungsi sebagai tempat terjadinya oksidasi. Keberadaan *electron-hole* tersebut akan mempercepat proses transfer electron yang terjadi. Dengan demikian, keberadaan dari pasangan *electron-hole* akan mempercepat reaksi redoks. Mekanisme fotokatalis ditunjukkan pada **Gambar 2.9**. (Putera D., 2008).



Gambar 2.9 Mekanisme fotokatalis (Putera D., 2008)

Secara umum, mekanisme fotokatalis adalah pembentukan radikal OH^\cdot dan pembentukan spesi super oksida anion dari oksigen. Ketika fotokatalis mengabsorpsi cahaya dengan Panjang gelombang tertentu, maka fotokatalis akan memperoleh energi. Energi tersebut akan digunakan untuk eksitasi electron dari pita valensi (*valence band*) menuju pita konduksi (*conduction band*). Setelah elektron tereksitasi, akan dihasilkan suatu *hole* pada pita



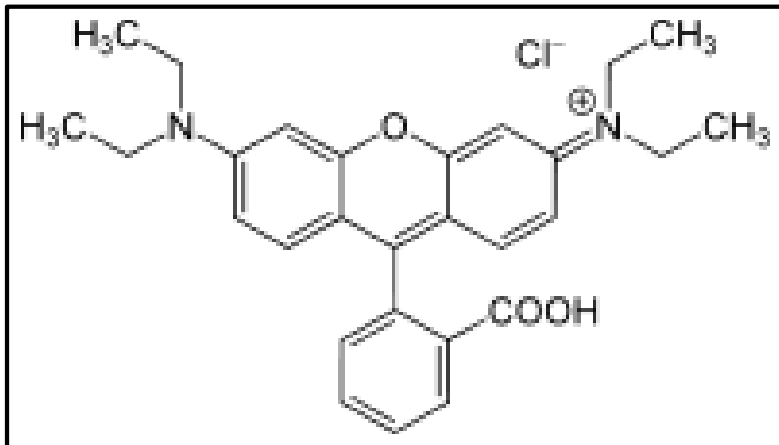
valensi. *Hole* akan memecah air dan membentuk suatu hidroksi radikal. Hidroksi radikal tersebut kemudian akan bereaksi dengan molekul organik dan memecah senyawa organik tersebut menjadi senyawa intermediet lain yang akan mengalami reaksi lebih lanjut. Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan oksigen untuk membentuk spesi anion super oksida. Anion super oksida akan bereaksi dengan senyawa hasil pemecahan molekul organik membentuk produk. Siklus ini akan terus berulang sampai reaksi selesai (Putera D., 2008).

2.4 Zat Warna Rhodamine B

Zat warna merupakan suatu senyawa organik yang digunakan untuk memberikan warna ke suatu objek. Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna (Manurung, 2004).

Rumus molekul rhodamin B adalah $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$ dengan berat molekul sebesar 479,02 g/mol. Kelarutan rhodamin B dalam air mencapai 50 g/L. Apabila rhodamin B dilarutkan dalam asam asetat maka memiliki kelarutan sebesar 400 g/L. Rhodamin B berbentuk serbuk kristal berwarna kehijauan, berwarna merah keunguan dalam bentuk terlarut pada konsentrasi tinggi dan berwarna merah terang pada konsentrasi rendah (Barka dkk, 2008).

Rhodamin B dibuat dari meta-dietilaminofenol dan ftalik anhidrid. Kedua bahan baku ini bukanlah bahan yang boleh dimakan. Rhodamin B merupakan zat warna yang sering dipakai untuk pewarna kulit, kapas, wool, serat kayu kulit, nilon, serat asetat, kertas, tinta dan vernis, sabun, bulu, kertas, dan sutera. Apabila rhodamin B dilarutkan dalam air akan menghasilkan warna merah kebiru-biruan dan berfluorensi kuat. Selain larut dalam air, rhodamin B juga merupakan zat warna yang larut dalam alkohol, HCl, dan NaOH. Di dalam laboratorium, zat tersebut digunakan sebagai pereaksi untuk mengidentifikasi unsur Pb, Bi, Co, Au, Mg, dan Th (Merck, 2000).



Gambar 2.10 Strukur kimia senyawa rhodamin B

Rhodamin B merupakan zat warna sintetik yang umum digunakan untuk pewarna tekstil. Dalam bidang industri rhodamin B umum digunakan untuk keperluan pabrik tekstil dan kertas (Arief dkk, 2007). Beberapa sifat berbahaya dari rhodamin B antara lain dapat menyebabkan iritasi bila terkena mata, menyebabkan kulit iritasi dan kemerahan bila terkena kulit. Penyebab lain senyawa ini begitu berbahaya jika dikonsumsi adalah senyawa tersebut termasuk dalam senyawa yang radikal. Senyawa radikal adalah senyawa yang tidak stabil. Dalam strukturnya rhodamin B mengandung klorin (senyawa halogen). Sifat senyawa halogen adalah mudah bereaksi atau memiliki reaktivitas yang tinggi. Dengan demikian senyawa tersebut merupakan senyawa radikal yang akan berusaha mencapai kestabilan dalam tubuh dengan cara berikatan dengan senyawa-senyawa lain dalam tubuh kita sehingga pada akhirnya akan memicu kanker pada manusia (*Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration*).



2.5 Penelitian Sebelumnya

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk melihat pengaruh material semikonduktor ZnO dan *reduced graphene oxide* terhadap proses degradasi dengan cara fotokatalitik. Pada **tabel 2.3** terdapat beberapa penelitian sebelumnya.

Tabel 2.3 Perbandingan penelitian sebelumnya

Material	Perlakuan	Aplikasi	Hasil	Peneliti
ZnO	Variasi precursor ZnO	Rhodamine B	ZnO dari <i>precursor zinc sulfate heptahydrate</i> ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	Sheng Wang (2018)
ZnO/ <i>Graphene</i>	Variasi penambahan jumlah <i>graphene</i>	Rhodamine B	98,5 %	Linyu Zhu (2018)
ZnO/ <i>Graphene</i>	Variasi penambahan jumlah <i>graphene</i>	CO_2	Penambahan <i>graphene</i> 10 %	Zhang (2015)
ZnO/ <i>Graphene</i>	Penambahan material <i>graphene</i>	Rhodamine 6G	98%	Chao Zhang (2014)

Penggunaan komposit ZnO/*Reduced graphene oxide* tergolong masih jarang digunakan dalam proses degradasi limbah, khususnya limbah *rhodamine B*. Tercatat hanya beberapa penelitian yang dilakukan dalam upaya mendegradasi limbah *rhodamine B* dengan metode fotokatalitik.

Pada tahun 2014, Chao Zhang dkk mencoba melakukan penelitian untuk mendegradasi limbah pabrik, yaitu rhodamine 6G. Pada penelitian ini, Chao melakukan perbandingan terhadap katalis ZnO tanpa penambahan material *reduced graphene oxide* dengan katalis ZnO setelah ditambahkan material *reduced graphene oxide*. Melalui percobaan didapatkan hasil bahwa material ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* memiliki tingkat efisiensi degradasi yang lebih baik, yaitu sebesar 98%.

Zhang pada tahun 2015 mencoba meneliti ZnO/*Reduced graphene oxide* dalam upaya degradasi CO_2 dengan memakai precursor zink nitrat dengan memberikan variasi penambahan



jumlah *reduced graphene oxide*. Dari percobaan ini didapatkan hasil aktifitas fotokatalitik pada reduksi CO₂ tertinggi pada penambahan 10% *reduced graphene oxide*.

Linyu Zhu pada tahun 2018 mencoba meneliti ZnO/*Reduced graphene oxide* dalam upaya degradasi limbah rhodamine B menggunakan precursor zinc acetate dihydrate dengan memberikan variasi penambahan jumlah *reduced graphene oxide*. Dari penelitian tersebut didapatkan hasil efisiensi penghapusan limbah sebesar 98,5% dari penambahan 15% *reduced graphene oxide*.

Pada tahun yang sama 2018, Sheng Wang *et al.* melakukan penelitian pada semikonduktor ZnO tanpa diberi penambahan senyawa lain. Penelitian dilakukan dengan melakukan variasi terhadap *precursor* pembuatan ZnO. Dari penelitian ini didapati hasil bahwa *precursor zinc sulfate heptahydrate* (ZnSO₄·7H₂O) menunjukkan aktifitas fotokatalitik terbaik.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Serbuk grafit dengan ukuran 150 μm (purity 99%)
2. Air suling / aquades (H_2O)
3. Larutan elektrolit asam sulfat 98% (H_2SO_4)
4. Es
5. Natrium nitrat (NaNO_3)
6. Kalium permanganat (KMnO_4)
7. Hidrogen peroksida (H_2O_2)
8. Asam klorida 35% (HCl)
9. Barium klorida (BaCl_2)
10. Serbuk Zink (Zn)

3.2 Alat

Peralatan yang digunakan untuk penelitian ini:

1. Neraca Analitik (mettler Toledo)
Alat ini digunakan untuk mengukur massa serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , grafit oksida, Na_2SO_4 , $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$
2. Mikropipet
Pipet yang digunakan adalah mikropipet untuk mengambil larutan H_2O_2
3. Pengaduk (Spatula)
Digunakan untuk mengaduk larutan.
4. *Magnetic Stirrer*
Alat ini digunakan untuk mencampur dan mengaduk larutan agar homogen serta untuk proses *drying Reduced graphene oxide* dari hasil proses *hydrothermal*.
5. Furnace (*Thermolyne*)
Digunakan untuk proses pembuatan GO dan *Reduced graphene oxide*.
6. Erlenmeyer
Digunakan sebagai tempat larutan.



7. *Ice bath*
Digunakan untuk tempat peletakan es selama pembuatan grafit oksida.
8. Thermometer
Digunakan untuk mengukur temperatur larutan.
9. *Centrifuge*
Digunakan untuk memisahkan partikel terdispersi.
10. Tabung *Centrifuge*
Digunakan sebagai wadah larutan kimia yang ditempatkan pada mesin centrifuge
11. *Ultrasonic Cleaner*
Digunakan untuk homogenisasi dan pengelupasan lembaran *graphite oxide* menjadi *Reduced graphene oxide oxide*.
12. Gelas Beaker
Digunakan untuk tempat aktivitas kimia
13. Instrumen Karakterisasi Material
X-ray diffraction (XRD) untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam suatu sampel dan struktur kristalnya, *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan EDX untuk menganalisis morfologi dan ukuran partikel, *Fourier Transform Infrared* untuk mengetahui jenis gugus fungsi yang terkandung pada material. UV Vis digunakan untuk mengeksplorasi sifat penyerapan cahaya dari sampel yang telah disiapkan. Gas Chromatography-Mass Spectrometer untuk mengetahui jenis senyawa yang terbentuk setelah terjadinya degradasi *rhodamine B*

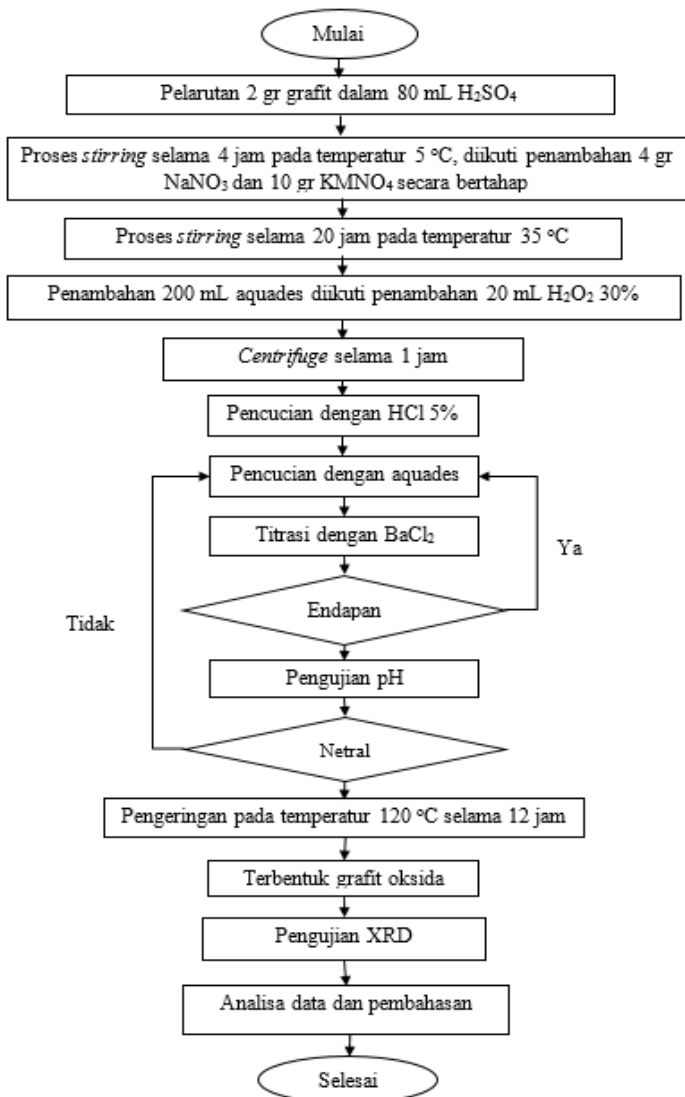
3.3 Metode Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat serangkain proses untuk menjadikan komposit *ZnO/Reduced graphene oxide*. Proses pertama yang dilakukan adalah proses sintesis grafit menjadi *reduced graphene oxide* oksida dengan menggunakan metode Hummer, kemudian *reduced graphene oxide* oksida dicampurkan dengan serbuk zink sehingga nanti akan membentuk komposit *ZnO/reduced graphene oxide*.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN



3.3.1 Sintesis Grafit Oksida



Gambar 3.1 Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida



Grafrit oksida merupakan bahan utama pembuat *reduced graphene oxide* yang dibuat dari oksida grafit dalam larutan asam. Grafit oksida disintesis dengan menggunakan modifikasi metode Hummer. Proses sintesis dengan metode ini menggunakan serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , dan H_2SO_4 sebagai bahan dasar dan agen pengoksidasi. Proses sintesis grafit oksida ditunjukkan pada **Gambar 3.1**. Sintesis Grafit Oksida dimulai dengan *stirring* 2 gram serbuk grafit dengan ukuran sekitar $150\ \mu\text{m}$ dengan 80 ml H_2SO_4 98% selama 4 jam dengan kecepatan tinggi di dalam *ice bath* dengan temperatur rata-rata 5°C . Setelah proses *stirring* berjalan selama 2 jam 10 gram KMnO_4 dan 4 gram NaNO_3 mulai ditambahkan sedikit demi sedikit dan bergantian selama satu jam, larutan akan berubah warna menjadi hijau keunguan selama proses penambahan zat tersebut. Lalu di biarkan teraduk selama satu jam setelah penambahan agar larutan menjadi homogen.

Setelah proses *Ice Bath* selesai dilakukan, dilanjutkan dengan proses *stirring* pada temperatur 35°C selama 20 jam dengan proses ini, larutan yang awalnya berwarna hijau keunguan akan perlahan berubah menjadi cokelat muda dan lebih kental. 200 ml aquades ditambahkan secara bertahap kedalam larutan tersebut agar mengurangi kekentalan, dalam tahap penambahan aquades larutan akan melepas kalor. Penambahan 200 ml aquades tersebut larutan akan berubah menjadi coklat tua. Setelah larutan menjadi homogen ditambahkan 20 ml hidrogen peroksida (H_2O_2) 30% secara bertahap sampai larutan menjadi homogen.

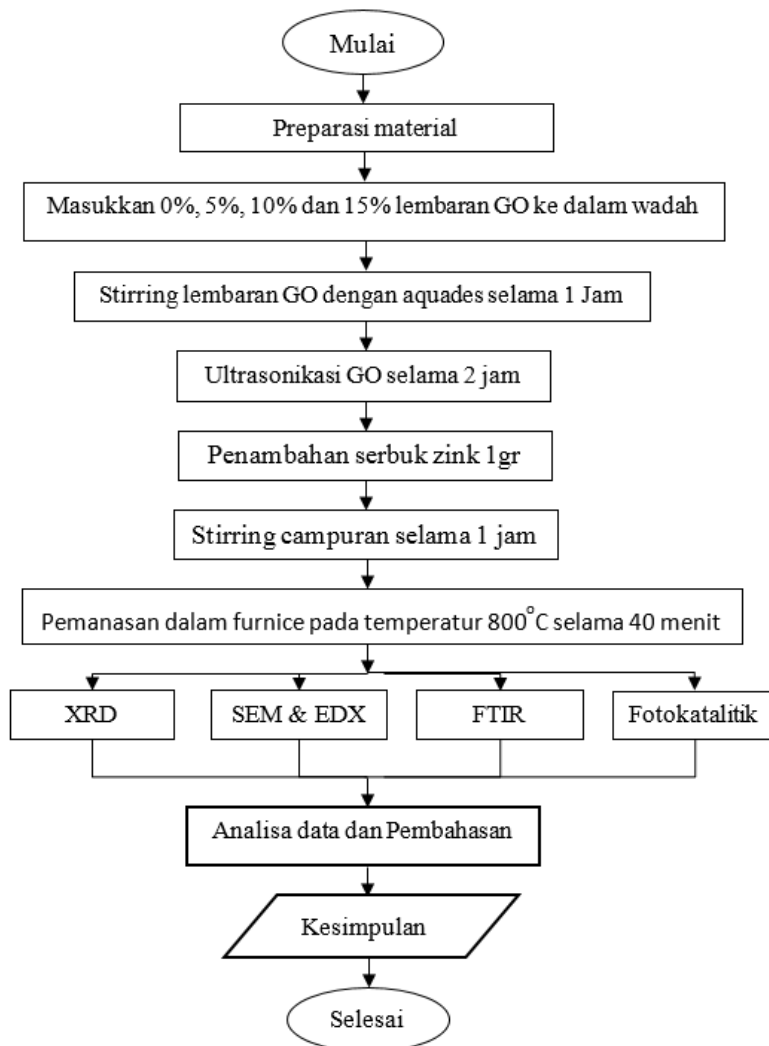
Larutan kemudian dibiarkan dalam keadaan terstirring selama 30 menit. Dilanjutkan dengan *centrifuge* lalu diambil endapannya. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan HCL 5% (0,1 M) untuk menghilangkan ion logam-logam yang tersisa. Proses pencucian selanjutnya menggunakan aquades secara berkala untuk menetralkan *pH*. Untuk mengetahui keberadaan ion sulfat dilakukan titrasi BaCl_2 1 M, Jika muncul endapan putih bersih maka di indikasikan bahwa masih terdapat ion sulfat di dalamnya. Larutan yang sudah netral dan tanpa pengotor (endapan) lain dilakukan *centrifuge* lagi untuk memisahkan grafit yang belum teroksidasi dengan grafit oksida. Lalu di *drying* pada temperatur



120 °C selama 12 jam untuk mendapatkan grafit oksida dalam wadah *ceramic crucible*.



3.3.2 Sintesis Komposit *ZnO/Reduced graphene oxide*



Gambar 3.2 Diagram alir proses sintesis komposit ZnO/*reduced graphene oxide*



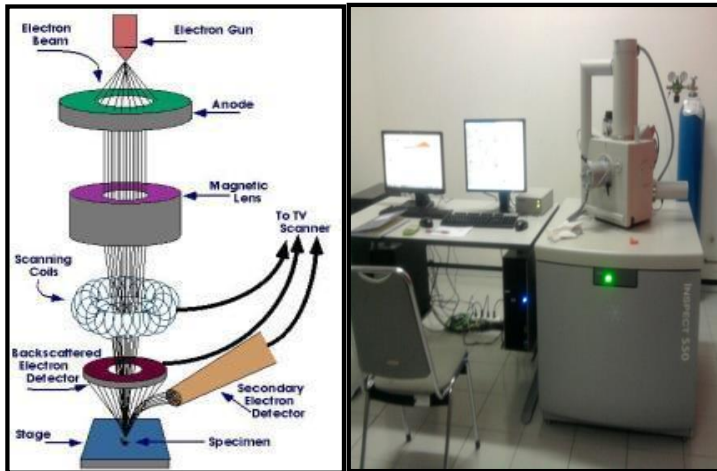
Sintesis dari komposit *ZnO/reduced graphene oxide* dapat dilihat pada **Gambar 3.2**. Grafit oksida yang sudah terbentuk melalui metode hummer distirring selama 1 jam agar bentuk lembaran grafit oksida hancur dan didapati bentuk serpihan kecil. Kemudian diultrasonikasi selama 2 jam agar bentuk serpihan kecil dapat larut ke dalam pelarut dan terbentuk senyawa *reduced graphene oxide* oksida. Lalu dilakukan penambahan serbuk zink sebesar 2gr ke dalam masing-masing variasi senyawa *reduced graphene oxide* oksida yaitu 0%, 5%, 10%, dan 15%. Kemudian masing-masing senyawa distirring selama 1 jam. Selanjutnya masing-masing larutan dimasukkan ke dalam *furnace* pada temperatur 800°C selama 40 menit untuk mendapatkan bentuk komposit *ZnO/reduced graphene oxide*.

3.4 Pengujian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa pengujian untuk melihat apakah penelitian ini dianggap berhasil atau tidak. Jenis-jenis pengujian yang dilakukan adalah:

3.4.1 SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDX

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relarif masing-masing) menggunakan EDX (*Energy Dispersive X-Ray analysis*). SEM digunakan untuk menguji topografi dan morfologi dari semua sample.



Gambar 3.3 (a) Skema kerja SEM (b) Scanning Electron Microscopy (SEM) Inspect S50

Prinsip kerja SEM ini ditunjukkan pada **Gambar 3.3** dimana berkas elektron yang dihasilkan oleh electron gun menyapu permukaan sampel. Pada saat elektron berinteraksi dengan sampel, maka akan dihasilkan SE (*secondary electron*), elektron ini masuk ke dalam detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang menghasilkan gambar pada layar monitor. Sinyal keluaran dari detektor ini berpengaruh terhadap intensitas cahaya di dalam tabung monitor, karena jumlah cahaya yang dipancarkan oleh monitor sebanding dengan jumlah elektron yang berinteraksi dengan sampel. Hasil yang ditampilkan dengan secondary electron ini adalah topografi permukaan sampel. Sedangkan untuk mengamati fasa-fasa, dilakukan dengan BSE (*backscattered electron*) dengan hasil gambar yang memiliki gradasi warna, Bahan dengan nomor atom yang besar, akan tampak lebih terang dibanding bahan dengan nomor atom yang lebih kecil.

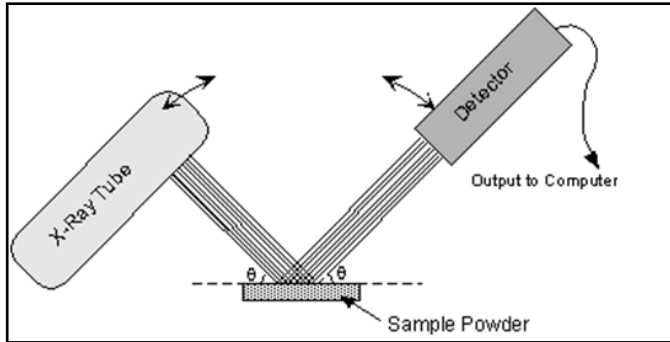
Pengujian EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) adalah suatu teknik yang digunakan untuk menganalisa elemen atau karakterisasi kimia dari suatu sampel. Prinsip kerja dari alat ini adalah metode spektroskopi, dimana elektron ditembakkan pada



permukaan sampel, yang kemudian akan memancarkan X-Ray. Energi tiap – tiap photon X-Ray menunjukkan karakteristik masing – masing unsur yang akan ditangkap oleh detektor EDX, kemudian secara otomatis akan menunjukkan puncak–puncak dalam distribusi energi sesuai dengan unsur yang terdeteksi. Hasil yang didapatkan dari pengujian EDX adalah berupa grafik energy (KeV) dengan counts. Dari data grafik tersebut kita bisa melihat unsur – unsur apa saja yang terkandung di dalam suatu sampel. Serta dengan pengujian EDX, didapatkan pula persentase dari suatu unsur yang terkandung di dalam suatu sampel bertujuan untuk mengetahui apa saja jenis unsur penyusun material yang ada dalam sampel, dan sekaligus untuk mengetahui nilai % berat dan % atomik dari semua unsur penyusun tersebut. EDS digunakan untuk mengetahui kandungan jumlah atom Zn dan O yang terkomposit pada ZnO/rGO dalam pengujian ini. Pengujian EDS dilakukan dengan menggunakan alat SEM, yang dilengkapi dengan software INCA.

3.4.2 *X-Ray Diffraction (XRD)*

XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak – puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf. Metode difraksi umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu padatan dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standard).



Gambar 3.4 Metode Difraksi X-Ray 2θ

Gambar 3.4 Menjelaskan Metode XRD dimana Tabung Sinar-X menembak pada sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar-X memenuhi:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (3.1)$$

dimana,

n = orde difraksi (1,2,3 ,...)

λ = panjang sinar-X

d = jarak kisi

θ = sudut difraksi

Karakterisasi material menggunakan XRD menggunakan alat instrumen XRD PAN Alytcal yang ditunjukkan pada **Gambar 3.5**. Karakterisasi XRD menghasilkan beberapa data baik data kualitatif maupun data kuantitatif seperti pada **Tabel 3.1**



Gambar 3.5 Instrumen XRD PAN Alytcal

Perhitungan jarak antar layer pada hasil grafik XRD (d_{spacing}) dapat menggunakan Hukum Bragg pada **persamaan 4.1** yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh sintesis dari grafit hingga menjadi *reduced graphene oxide*. Khususnya jarak layer pada sampel.

$$d_{002} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \dots\dots\dots(3.2)$$

Dimana: d_{002} = Jarak antar layar

λ = Panjang Gelombang (1.54 Å)

θ = Sudut Difraksi ($^{\circ}$)

Data hasil keluaran XRD dapat memberikan informasi untuk melihat ukuran kristal sampel.

Hal ini dapat didapatkan dengan persamaan Scherrer pada **Persamaan 4.2**. (Culity, 1956)

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (3.3)$$



Dimana : D = Ukuran Kristal

λ = Panjang gelombang Cu-K α (1.54060 Å)

B = FWHM (rad)

K = konstanta Scherrer dengan nilai 0.9

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per meninya, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit sehingga sumbu-X setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik.

Tabel 3.1 Informasi hasil Pengujian XRD (Pratapa, 2004)

No	Karakter	Informasi dari Material	
1	Posisi Puncak (2θ)	<ul style="list-style-type: none"> Fasa Identifikasi Kristal Struktur Kristal 	<ul style="list-style-type: none"> Parameter kisi Regangan seragam
2	Tinggi puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> Identifikasi Komposisi Hamburan tak koheren 	<ul style="list-style-type: none"> Extinction Preferred-orientation
3	Lebar dan Bentuk Puncak	<ul style="list-style-type: none"> Ukuran kristal (bukan partikel atau grain) 	

3.4.3 Spektrofotometri UV-Vis

BAB III METODOLOGI PENELITIAN



Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day, 2002).



Gambar 3.6 Instrumen Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan pengukuran interaksi antara radiasi elektromagnetik panjang gelombang tertentu yang sempit dan mendekati monokromatik, dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Hal ini didasari pada molekul selalu mengabsorpsi cahaya elektromagnetik jika frekuensi cahaya tersebut sama dengan frekuensi getaran dari molekul tersebut. Elektron yang terikat dan elektron yang tidak terikat akan tereksitasi pada suatu daerah frekuensi, yang sesuai dengan cahaya ultraviolet dan cahaya tampak (UV-Vis).

Spektrum absorpsi UV-Vis adalah sekitar 220 nm sampai 800 nm dan dinyatakan sebagai spektrum elektron. Suatu spektrum ultraviolet meliputi daerah bagian ultraviolet (190-380 nm), spektrum *visible* bagian sinar tampak (380-780 nm). Pengukuran menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis ini didasari pada hubungan antara berkas radiasi elektromagnetik yang ditransmisikan (diteruskan) atau yang diabsorpsi dengan tebalnya cuplikan dan konsentrasi dari komponen penyerap. Berdasarkan hal inilah maka untuk dapat mengetahui konsentrasi sampel



berdasarkan data serapan (A) sampel, perlu dibuat suatu kurva kalibrasi yang menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorpsi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui.

3.4.4 FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

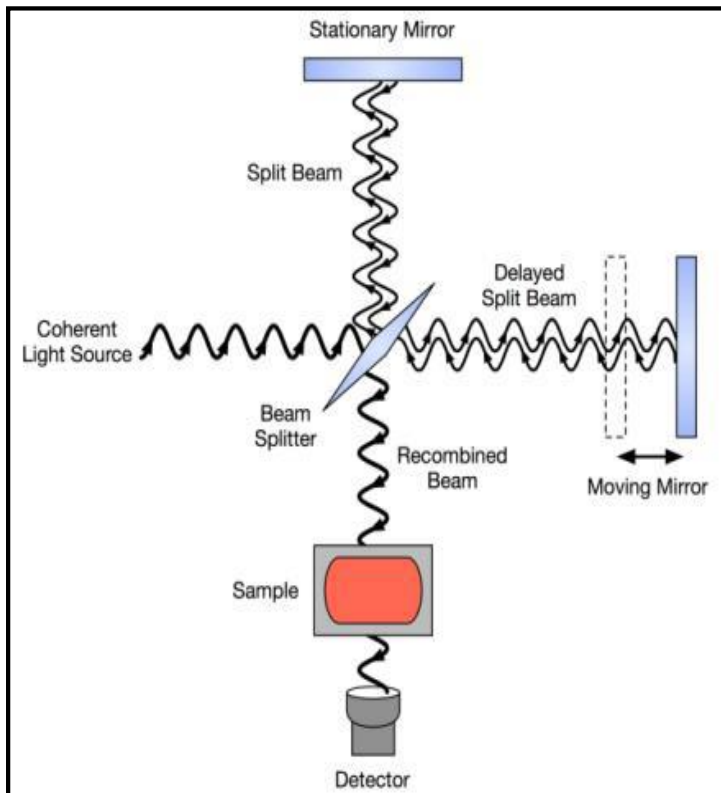
FTIR merupakan salah satu instrumen spektroskopi. Pada spektroskopi infra merah, radiasi inframerah dipancarkan mengenai sampel. Sebagian radiasi infra merah diserap oleh sampel sebagian yang lain ditransmisikan. Hasil spektrum infra merah menggambarkan penyerapan molekul dan transmisi, menggambarkan ciri khas sampel. Setiap molekul memiliki penyerapan berbeda sesuai dengan pola vibrasi dan pola ikatan antar atomnya. Tidak ada dua molekul yang menghasilkan spektrum infra merah yang sama. Oleh karena itu spektroskopi infra merah sangat berguna untuk berbagai analisis. FTIR dapat memberikan informasi mengenai material yang belum diketahui (identifikasi), mengenai kualitas sampel, dan mengetahui jumlah komponen dalam suatu campuran. **Gambar 3.7** memperlihatkan instrumen uji FTIR.



Gambar 3.7 Alat uji FTIR



Prinsip kerja FTIR adalah berdasarkan penyerapan radiasi infra merah. Infra merah dipancarkan melalui interferometer kemudian dipancarkan melalui sampel, sebagian radiasi infrared diserap sampel dan sebagian lain dipancarkan kembali dan tertangkap oleh *detector*. Besarnya radiasi infra merah yang tertangkap oleh detektor kemudian diubah menjadi spektrum oleh Interferogram. Mekanisme kerja FTIR ini diperlihatkan pada **Gambar 3.8**



Gambar 3.8 Skema Prinsip Kerja FTIR (Steven Voughan,2009)



3.4.5 GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometer*)

GCMS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu gas kromatografi (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit.

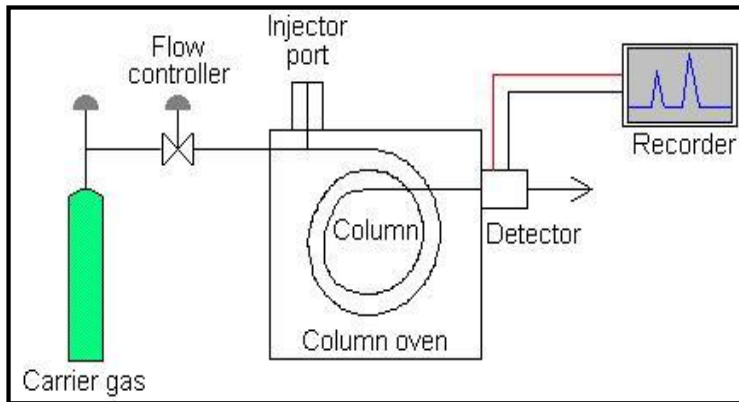
Gas kromatografi merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya. Gas kromatografi biasanya digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada campuran gas dan juga menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas.

Spektroskopi massa adalah suatu metode untuk mendapatkan berat molekul dengan cara mencari perbandingan massa terhadap muatan dari ion yang muatannya diketahui dengan mengukur jari-jari orbit melingkarnya dalam medan magnetik seragam.

Penggunaan kromatografi gas dapat dipadukan dengan spektroskopi massa. Paduan keduanya dapat menghasilkan data yang lebih akurat dalam pengidentifikasian senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya. (Pavia, 2006).

3.4.5.1 Instrumen GC-MS

Rangkaian instrumentasi untuk gas kromatografi dan spektroskopi massa bergabung menjadi satu kesatuan rangkaian, yang secara umum rangkaiannya pada **gambar 3.9**.



Gambar 3.9 Diagram alir Kromatografi Gas-Cair

Berikut adalah penjelasan mengenai masing-masing instrument pada rangkaian GCMS.

1. Instrumen Gas Kromatografi

1. Carrier Gas Supply

Gas pembawa (carrier) pada kromatografi gas sangatlah penting. Gas yang dapat digunakan pada dasarnya haruslah inert, kering, dan bebas oksigen. Kondisi seperti ini dibutuhkan karena gas pembawa ini dapat saja bereaksi dan dapat mempengaruhi gas yang akan diidentifikasi.

2. Injeksi Sampel

Sejumlah kecil sampel yang akan dianalisis diinjeksikan pada mesin menggunakan semprit kecil. Jarum semprit menembus lempengan karet tebal (lempengan karet ini disebut septum) yang mana akan mengubah bentuknya kembali secara otomatis ketika ditarik keluar dari lempeng karet tersebut.

3. Kolom

Ada dua tipe utama dalam kromatografi gas-cair. Tipe pertama, tube panjang dan tipis berisi material padatan, tipe kedua adalah lebih tipis dan memiliki fase diam yang berkaitan dengan bagian terdalam permukaan. Ada tiga hal



yang dapat berlangsung pada molekul tertentu dalam campuran yang diinjeksikan pada kolom:

- Molekul dapat berkondensasi pada fase diam
- Molekul dapat larut dalam cairan pada permukaan fase diam
- Molekul dapat tetap pada fase gas

2. Instrument Spektroskopi Massa

a. Sumber Ion

Setelah melewati rangkaian gas kromatografi, sampel gas yang akan diuji dilanjutkan melalui rangkaian spektroskopi massa. Molekul-molekul yang melewati sumber ion ini diserang oleh electron, dan dipecah menjadi ion-ion positifnya. Tahap ini sangat penting karena untuk melewati filter, partikel-partikel sampel haruslah bermuatan.

b. Filter

Selama ion melalui rangkaian spektroskopi massa, ion-ion ini melalui rangkaian elektromagnetik yang menyaring ion berdasarkan perbedaan massa. Para ilmuwan memisahkan komponen-komponen massa untuk kemudian dipilih yang mana yang boleh melanjutkan yang mana yang tidak (prinsip penyaringan). Filter ini terus menyaring ion-ion yang berasal dari sumber ion untuk kemudian diteruskan ke *detector*.

c. Detector

Dalam mekanisme reaksi, pembakaran senyawa organik merupakan hal yang sangat kompleks. Selama proses, sejumlah ion-ion dan electron-elektron dihasilkan dalam nyala. Kehadiran ion dan electron dapat dideteksi. Seluruh detector ditutup dalam oven yang lebih panas dibandingkan dengan temperature kolom. Hal ini menghentikan kondensasi dalam detector.



Hasil detector akan direkam sebagai urutan puncak-puncak, setiap puncak mewakili satu senyawa dalam campuran yang melalui detector.

3.4.5.2 Prinsip Kerja GCMS

1. Kromatografi Gas (*Gas Chromatography*)

Kromatografi gas merupakan jenis kromatografi yang digunakan dalam kimia organik untuk pemisahan dan analisis. GC dapat digunakan untuk kemurnian dari bahan tertentu, atau memisahkan berbagai komponen dari campuran. Dalam beberapa situasi, GC dapat membantu dalam mengidentifikasi sebuah senyawa kompleks. Dalam kromatografi gas, fase yang bergerak adalah sebuah operator gas, yang biasanya gas murni seperti helium atau yang tidak reaktif seperti gas nitrogen. *Stationary* atau fasa diam merupakan tahap mikroskopis lapisan cair atau polimer yang mendukung gas murni, didalam bagian dari sistem pipa-pipa kaca atau logam yang disebut kolom.

2. Spektroskopi Massa (*Mass Spectrometry*)

Umumnya spektrum massa diperoleh dengan mengubah senyawa suatu sampel menjadi ion-ion yang bergerak cepat yang dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan.

Spektroskopi massa mampu menghasilkan berkas ion dari suatu zat uji, memilah ion tersebut menjadi spektrum yang sesuai dengan perbandingan massa terhadap muatan dan merekam kelimpahan relative tiap jenis ion yang ada. Umumnya, hanya ion positif yang dipelajari karena ion negatif yang dihasilkan dari sumber tumbukan umumnya sedikit.

3. Kombinasi GCMS

Saat GC dikombinasikan dengan MS, akan didapatkan sebuah metode analisis yang sangat bagus. Peneliti dapat menganalisis larutan organik, memasukkan



kedalam instrument, memisahkan menjadi komponen tinggal dan langsung mengidentifikasi larutan tersebut.

4. Metode Analisis Chromatografy Mass Spectrometry

Pada metode analisis GCMS adalah dengan membaca spectra yang terdapat pada kedua metode yang digabung tersebut. Pada spectra GC jika terdapat bahwa dari sampel mengandung banyak senyawa, yaitu terlihat dari banyaknya puncak (*peak*) dalam spectra GC tersebut. Berdasarkan data refrensi yang sudah diketahui dari literature, bisa diketahui senyawa apa saja yang ada dalam sampel.

Selanjutnya adalah dengan memasukkan senyawa yang diduga tersebut kedalam instrument spektroskopi massa. Hal ini dapat dilakukan karena salah satu kegunaan dari kromatografi gas adalah untuk memisahkan senyawa-senyawa dari suatu sampel. Setelah itu didapat hasil dari spectra spektroskopi massa pada grafik yang berbeda.

Tahap-tahap suatu rancangan penelitian GCMS:

1. Sampel preparation
2. Derivatisation
3. Injeksi

Menginjeksi campuran larutan ke kolom GC lewat heated injection port. GC/MS kurang cocok untuk analisa senyawa labil pada temperature tinggi akan terdekomposisi pada awal pemisahan.

4. GC separation

Campuran dibawa gas pembawa dengan laju alir tertentu melewati kolom GC yang dipanaskan dalam pemanas. Kolom GC memiliki cairan (fasa diam) pelapis yang inert.

5. MS detector

Aspek kualitatif : lebih dari 275.000 spektra massa dari senyawa yang tidak diketahui dapat teridentifikasi dengan refrensi komputerisasi.



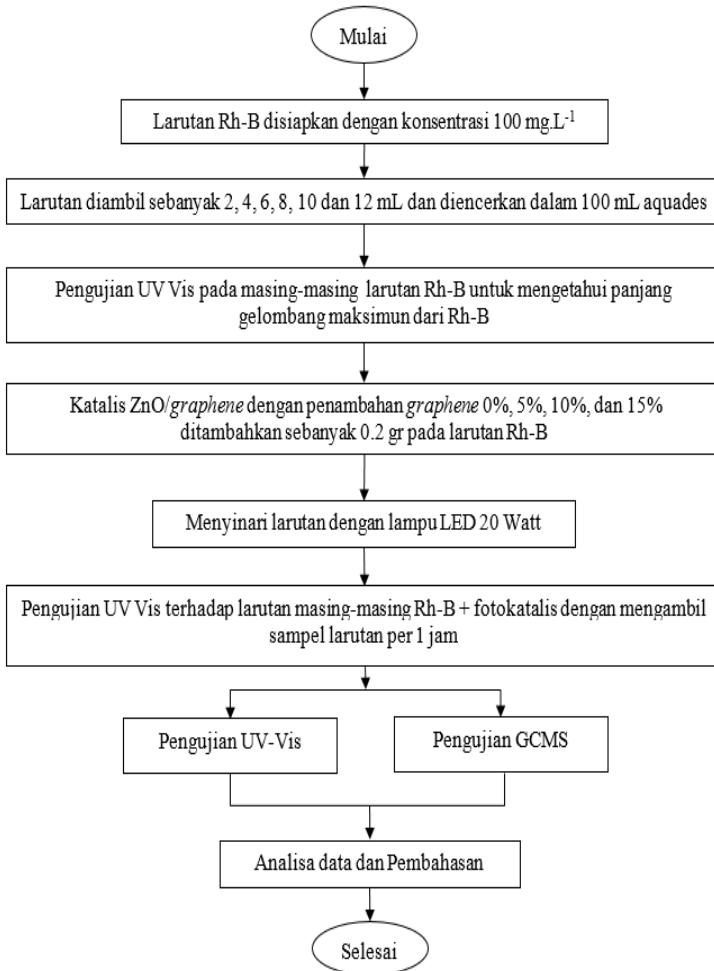
Aspek kuantitatif: dengan menbandingkan kurva standar dari senyawa yang diketahui dan senyawa yang tidak diketahui.

6. Scanning

Spectra massa dicatat secara regular dalam interval 0,5-1 detik selama pemisahan GC dan disimpan dalam sistem instrument data untuk digunakan dalam analisis. Spectra massa berupa fingerprint ini dapat dibandingkan dengan acuan.

3.4.6 Pengujian Fotokatalitik

Pengujian fotokatalitik ini digunakan untuk mengamati seberapa besar pengaruh penambahan *reduced graphene oxide* pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* untuk degradasi rhodamin b. Adapun pengujian dilakukan seperti **gambar 3.10**.



Gambar 3.10 Diagram alir pengujian fotokatalitik



a. Pembuatan Larutan Uji dan Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Serbuk rhodamin B ditimbang sebanyak 0,01gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL akuades hingga didapatkan larutan rhodamin B dengan konsentrasi $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Larutan baku $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ selanjutnya dipipet masing-masing 2; 4; 6; 8; 10; dan 12 mL ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuades sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; 10 dan 12 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum rhodamin B dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

b. Penentuan Kurva Standar Rhodamine B

Larutan rhodamin B dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ditentukan nilai absorbansi dari masing-masing konsentrasi menggunakan panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Kurva standar dibuat dengan menghubungkan antara konsentrasi dengan absorbansi.

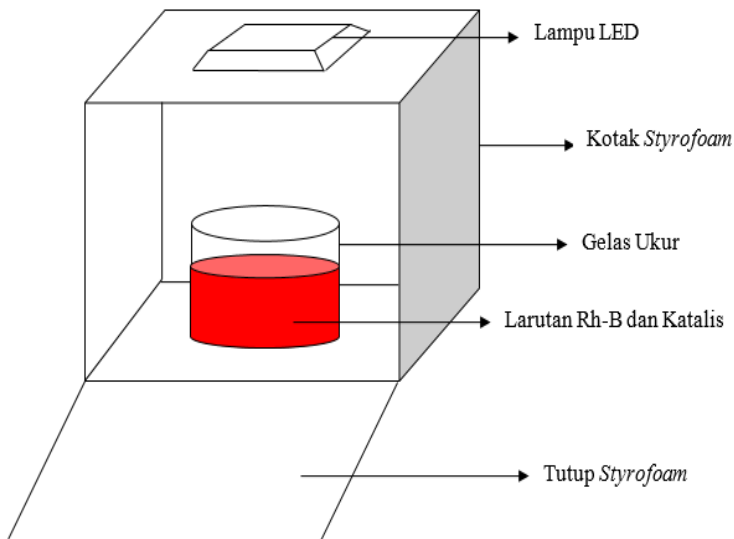
c. Uji Degradasi Zat Warna Biru Metilena dengan Variasi Penambahan *Reduced graphene oxide*

Degradasi rhodamin B dilakukan dengan menggunakan variasi penambahan *reduced graphene oxide*. Variasi penambahan *reduced graphene oxide* yang dipilih adalah 0%, 5%, 10% dan 15%. 4 buah gelas kimia berukuran 500 mL, masing-masing dimasukkan 200 mL larutan rhodamin B, Selanjutnya masing-masing gelas dimasukkan katalis $\text{ZnO/reduced graphene oxide}$, seperti pada **gambar 3.11** Reaktor disinari lampu UV 20Watt dengan variasi waktu per 2 jam, hasil degradasi dianalisis absorbansinya dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum 540 nm. Hasil analisis dibandingkan dengan konsentrasi zat warna hasil degradasi secara fotokatalisis ditentukan persentase degradasi zat warna dengan **persamaan 3.4**. Persentase degradasi rhodamin B ditentukan dengan persamaan berikut:



$$(\% D) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (3.4)$$

dimana C_0 adalah konsentrasi awal zat warna sebelum iradiasi, C_t adalah konsentrasi zat warna pada t . Berdasarkan hasil analisis, dibuat profil hubungan antara waktu degradasi dengan presentasi degradasi.



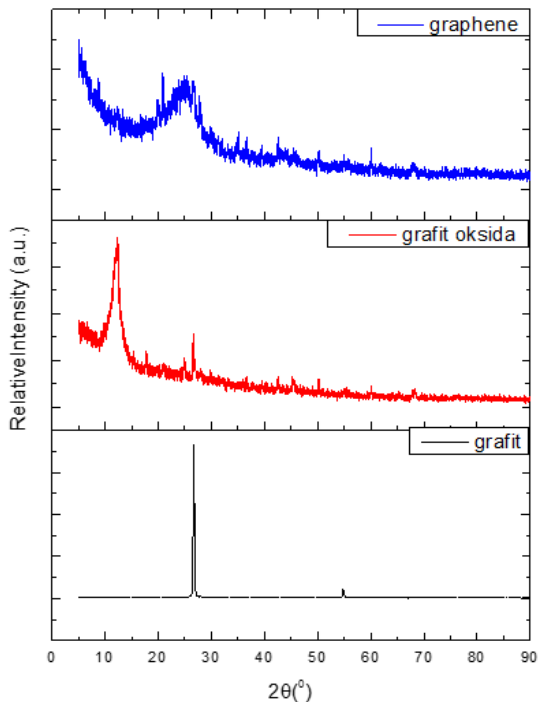
Gambar 3.11 Pengujian fotokatalitik

BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*)

Dari hasil pengujian *X-Ray Diffraction* diperoleh grafik XRD yang memiliki puncak dari grafit, grafit oksida, ZnO, dan komposit ZnO/*Reduced graphene oxide*. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD Philip Analitical dengan parameter sudut $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ dan memiliki panjang gelombang Cu-K α 1.54060 Å. Dapat dilihat perbedaan posisi puncak yang mengindikasikan adanya perubahan struktur dari grafit menjadi grafit oksida dan akhirnya menjadi *reduced graphene oxide* seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.1**.



Gambar 4.1 Hasil uji XRD pada grafit, grafit oksida dan *reduced graphene oxide*



Berdasarkan gambar tersebut terdapat kesesuaian dengan hasil penelitian sebelumnya Liu, Huang, dan Wang (2012). Selain itu, nilai *peak* dari grafit, grafit oksida dan *reduced graphene oxide* ini sudah sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Zhang, et al (2018) yang memiliki puncak pola XRD grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* secara berurutan yaitu $2\theta = 26,57^\circ$, $11,62^\circ$ dan $26,76^\circ$. Hal tersebut mendukung penelitian ini dimana pada **Gambar 4.1** grafit memiliki puncak (002) pada posisi $2\theta = 26,53^\circ$ dengan $d_{\text{spacing}} = 3,36 \text{ \AA}$. Hasil XRD pada grafit tersebut menunjukkan bahwa sifat kristalinitas grafit sangat baik. Nilai intensitas XRD yang semakin tinggi menunjukkan kristalinitas yang semakin baik (Hye-Min Yoo, 2011). Grafit ini memiliki stuktur Kristal heksagonal (JCPDS 03-065-6212). Saat proses oksidasi dilakukan grafit berubah menjadi grafit oksida dengan puncak (001) berada pada $2\theta = 12,45^\circ$ dengan nilai d_{spacing} yang lebih besar yakni $7,33 \text{ \AA}$ dengan intensitas yang jauh menurun dari intensitas grafit. Hal ini mengindikasikan bahwa grafit teroksidasi menjadi grafit oksida.

Perubahan posisi puncak, nilai d_{spacing} dan intensitas dipengaruhi oleh gugus-gugus fungsional oksigen yang diakibatkan oleh proses oksidasi pada material grafit. Hasil dari pengujian ini sesuai dengan yang dilakukan oleh Pei (2015), dimana gugus-gugus oksigen membentuk lapisan atom hidrofilik yang menjadikan grafit oksida mudah larut dalam air.

Setelah terjadi pemanasan secara thermal terjadi perubahan puncak dari grafit oksida menjadi *reduced graphene oxide* pada puncak (002) $2\theta = 26,6^\circ$ dengan $d_{\text{spacing}} = 3,72 \text{ \AA}$. Hal ini menunjukkan bahwa d_{spacing} *reduced graphene oxide* kembali mendekati nilai d_{spacing} grafit. Terjadi penurunan intensitas dari grafit, grafit oksida menjadi *reduced graphene oxide*. Hal ini disebabkan oleh penurunan jumlah d_{spacing} akibat adanya pengelupasan kimia (*chemical exfoliation*). Dengan semakin mengecilnya nilai d_{spacing} mengindikasikan semakin baik kualitas *reduced graphene oxide* yang dibuat.

Perhitungan jarak antar layer (d_{spacing}) dapat menggunakan Hukum Bragg pada **persamaan 3.2** yang bertujuan

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



untuk menganalisa pengaruh sintesis dari grafit hingga menjadi *reduced graphene oxide*. Khususnya jarak layer pada sampel.

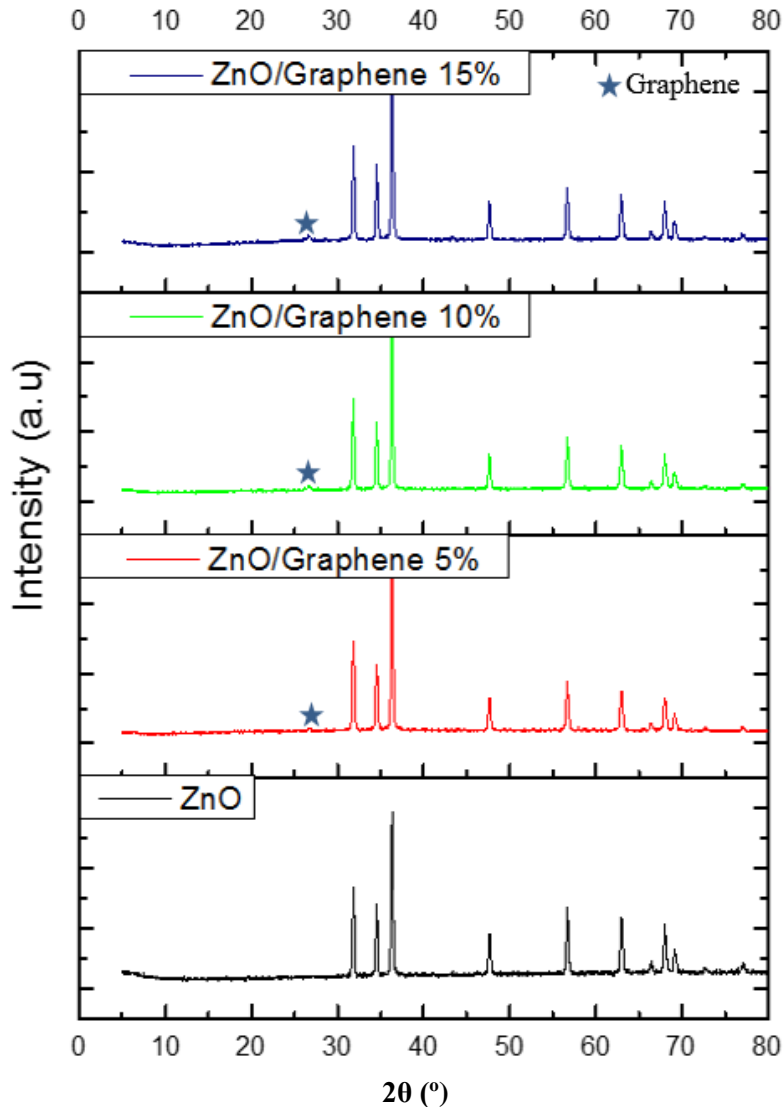
Hasil dari perhitungan jarak antar *layer* dibandingkan dengan seluruh sampel grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide* ditunjukkan dalam **Tabel 4.1**.

Tabel 4.1 Hasil perhitungan nilai d_{spacing} dari sampel grafit, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide*

No	Sampel	Sudut Difraksi 2θ (°)	d_{spacing} (Å)
1	Grafit	26.53	3.36
2	Grafit Oksida	12.45	7.33
3	<i>reduced graphene oxide</i>	26.6	3.72

Berdasarkan **Tabel 4.1** terlihat bahwa terjadi peningkatan jarak layer dari grafit menjadi grafit oksida. Hal ini disebabkan oleh terbentuknya gugus fungsional oksigen akibat oksidasi grafit serta peningkatan kadar air saat pembentukan grafit oksida (Pradita, 2015). Namun setelah terbentuknya *reduced graphene oxide*, terjadi penurunan jarak antar layer namun tidak sekecil nilai jarak antar layer grafit. Hal ini menandakan bahwa proses reduksi grafit oksida telah berhasil namun masih terdapat sedikit gugus fungsional oksigen yang tersisa pada *reduced graphene oxide*.

Selanjutnya adalah **Gambar 4.2** yang menunjukkan perbedaan *peak* hasil uji XRD dari material ZnO, dan komposit ZnO/graphene dengan penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 5%, 10%, dan 15%.



Gambar 4.2 Hasil uji XRD sampel ZnO dan Komposit ZnO/rGO 5%, ZnO/rGO 10%, ZnO/rGO 15%.



Pada **Gambar 4.2** dapat kita lihat hasil perbandingan antara senyawa ZnO dan variasi massa komposit ZnO/*Reduced graphene oxide*. Tidak didapati banyak perbedaan diantara hasil XRD sampel-sampel tersebut. Untuk senyawa ZnO didapati peak khas yakni berada pada 31.8° , 34.5° , 36.3° , 47.6° , 56.6° , 62.9° , 68.0° sesuai dengan puncak (100), (002), (101), (102), (110), (103), dan (112) yang menunjukkan bahwa struktur ZnO adalah *hexagonal wurtzite* sesuai dengan JCPDS card 36-1451.

Untuk komposit ZnO/*Reduced graphene oxide* terdapat peak khas yang berada pada posisi $2\theta = 26.6^\circ$. Ketiga variasi massa tidak menunjukkan pergeseran peak khas yang signifikan jika diperbandingkan. Hal ini sesuai dengan penelitian Linyu Zhu *et. al.* pada tahun 2018 yang mengatakan bahwa pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* jumlah intensitas *reduced graphene oxide* akan sangat kecil dan hampir tak terlihat dimana akan terbentuk graphene pada posisi puncak peak $2\theta = 26.6^\circ$.

Pada grafik XRD katalis ZnO dan komposit ZnO dengan variasi penambahan massa 5% *reduced graphene oxide*, 10% *reduced graphene oxide*, dan 15% *reduced graphene oxide* juga terlihat adanya perubahan FWHM (broadening) akibat dari penambahan variasi massa *reduced graphene oxide*. Peak broadening ini mengindikasikan bahwa adanya perubahan *crystalline size* yang terjadi setelah material ZnO dikompositkan dengan material *reduced graphene oxide*. Hal ini dapat didapatkan dengan persamaan Scherrer pada **persamaan 3.3** (Cullity, 1956). Dengan mengetahui ukuran kristalin dari material, kita dapat mengetahui pengaruh ukuran kristal terhadap proses fotokatalitik. Ukuran kristal berpengaruh terhadap lebarnya luas permukaan penampang material. Semakin kecil ukuran kristal, maka semakin besar pula luas penampang yang dihasilkan material tersebut. Sebaliknya, semakin besar ukuran kristal yang dihasilkan maka luas penampang yang dihasilkan juga akan semakin kecil.



Tabel 4.2 Hasil perhitungan nilai ukuran kristal dari sampel ZnO, komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 5%, komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 10%, dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 15%.

No	Sampel	FWHM (rad)	2θ (°)	Ukuran kristalin (Å)
1	ZnO	0.2509	36.4	5.81
2	ZnO-rGO 5%	0.2536	36.3	5.75
3	ZnO-rGO 10%	0.2652	36.3	5.50
4	ZnO-rGO 15%	0.2676	36.2	5.45

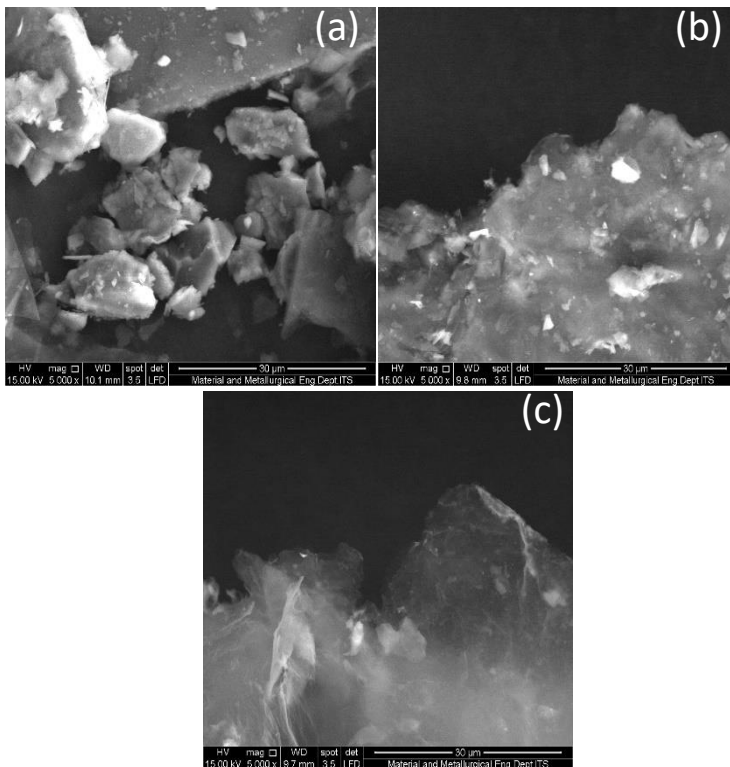
Pada **Tabel 4.2** dapat diketahui ukuran kristalin pada ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 0%, 5%, 10% dan 15% melalui perhitungan dengan menggunakan rumus pada **persamaan 4.2**. Untuk mengetahui ukuran kristal pada ZnO maka akan diambil peak tertinggi ZnO dari hasil pengujian XRD setiap variabel.

Dari data diatas dapat diketahui bahwa ukuran kristal ZnO, ZnO/*reduced graphene oxide* 5%, ZnO/*reduced graphene oxide* 10%, dan ZnO/*reduced graphene oxide* 15% berturut turut adalah 5.81 Å, 5.75 Å, 5.50 Å, dan 5.45 Å. Dengan adanya penambahan *reduced graphene oxide* pada komposit ZnO/*grapehene* menyebabkan ukuran kristal ZnO menjadi lebih kecil. Dari data diatas, dapat disimpulkan dengan adanya penambahan *reduced graphene oxide* pada komposit ZnO/*grapehene* menyebabkan ukuran kristal ZnO menjadi lebih kecil.



4.2 Hasil Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) -EDX

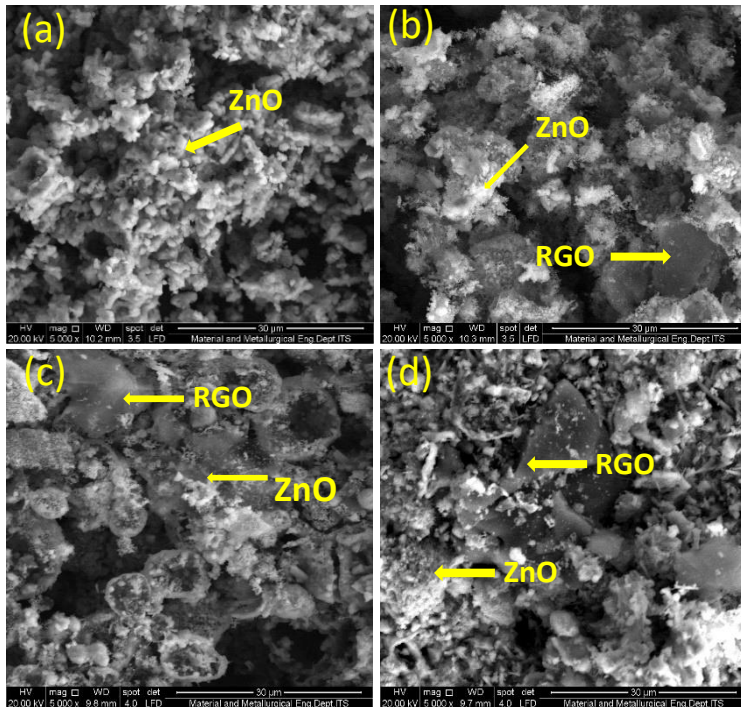
Scanning Electron Microscope merupakan mikroskop elektronik yang dapat mengamati suatu permukaan objek secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 - 3000000x dengan resolusi sebesar 1- 10 nm. Grafit, grafit oksida, *reduced graphene oxide*, dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi penambahan *reduced graphene oxide* 5%, 10%, 15% diamati morfologi permukaannya dengan instrument SEM Inspect S50.



Gambar 4.3 Hasil pengujian SEM 5000x (a) grafit, (b) grafit oksida, (c) *reduced graphene oxide*



Gambar 4.3 menunjukkan morfologi permukaan mulai dari grafit sebagai *raw material*, grafit oksida, dan *reduced graphene oxide*. Grafit memiliki bentuk morfologi *flake* serpihan tak beraturan pada permukaanya yang ditunjukkan pada **Gambar 4.3a**. Terlihat juga bahwa ketebalannya sangat tidak merata. Ketika dilakukan proses oksidasi menjadi grafit oksida morfologi permukaan nya akan berubah menjadi lembaran tebal yang ditunjukkan pada **Gambar 4.3b**. Morfologi permukaan grafit oksida mulai kelihatan lembaran tipis yang sedikit transparan. Berbeda dengan morfologi permukaan grafit, grafit oksida lebih kelihatan teratur ketebalannya. Sedangkan ketika direduksi dengan agen pereduksi *zinc* dan reduksi langsung thermal, diperoleh lembaran *reduced graphene oxide*. Sesuai dengan penelitian Lita dkk pada tahun 2014, *reduced graphene oxide* merupakan selembaran tipis transparan yang ditunjukkan pada **Gambar 4.3c**. Morfologi permukaan *graphene* yang ditunjukkan **Gambar 4.3.c** hampir mirip dengan morfologi grafit oksida, namun terlihat lembaran *reduced graphene oxide* lebih tipis disbanding dengan grafit oksida.



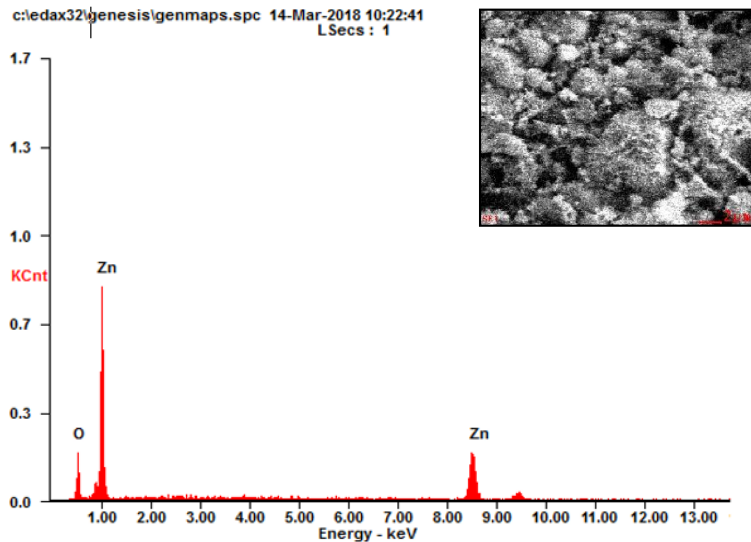
Gambar 4.4 Hasil pengujian SEM 5000x (a) ZnO, (b) ZnO/reduced graphene oxide 5%, (c) ZnO/reduced graphene oxide 10%, (d) ZnO/reduced graphene oxide 15%

Dari **Gambar 4.4** dapat dilihat hasil pengujian SEM dari katalis ZnO, dan komposit ZnO/reduced graphene oxide dengan variasi massa. Pada **Gambar 4.4a** yang merupakan gambaran SEM dari ZnO berbentuk spherical tampak seperti kumpulan bola yang menggumpal. Fenomena ini sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh Linyu Zhu et. al. pada tahun 2018. Selain ZnO tampak pada **Gambar 4.4 a,b dan c** merupakan hasil gambaran SEM dari komposit ZnO/reduced graphene oxide 5%, ZnO/reduced graphene oxide 10%, ZnO/reduced graphene oxide 15% secara berturut. Tidak tampak perbedaan yang mencolok dari ketiga gambar. Reduced graphene oxide memiliki ciri lembaran



tipis transparan seperti tampak pada gambar yang telah ditandai. ZnO ditandai dengan adanya gumpalan bola atau spherical seperti yang terlihat pada **Gambar 4.4**.

Selanjutnya, dilakukan pengujian SEM-EDX (Energy Dispersive Spectroscopy) untuk mengetahui kadar unsur-unsur yang berada pada sampel ZnO dan *reduced graphene oxide* seperti tampak pada gambar-gambar di bawah ini.



Gambar 4.5 Hasil pengujian EDX senyawa ZnO

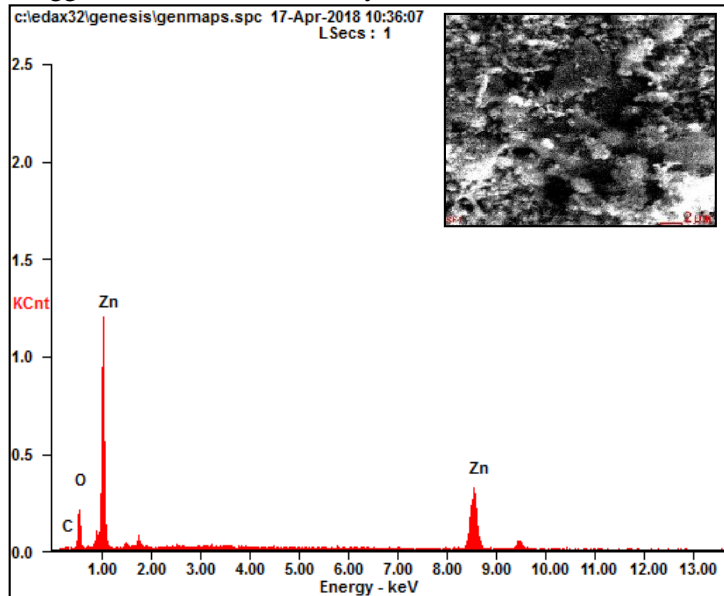
Tabel 4.3 Komposisi unsur penyusun senyawa ZnO

Element	Wt%	At%
OK	13.45	44.75
ZnK	86.54	55.25

Gambar 4.5 merupakan kurva yang menunjukkan komposisi unsur hasil pengujian terhadap katalis ZnO. Terlihat unsur Zn dan O sebagai unsur penyusun pada senyawa tersebut. Pada **tabel 3** dapat diamati besar persentase senyawa hasil uji EDX pada senyawa ZnO. Dimana nilai Zn, yaitu 86.54% sangat jauh



mendominasi disbanding unsur oksigen sebesar 13.45%. Hal ini disebabkan masih terdapat unsur Zn yang tidak teroksidasi sehingga belum membentuk senyawa ZnO.



Gambar 4.6 Hasil pengujian EDX untuk ZnO/*reduced graphene oxide* 5%

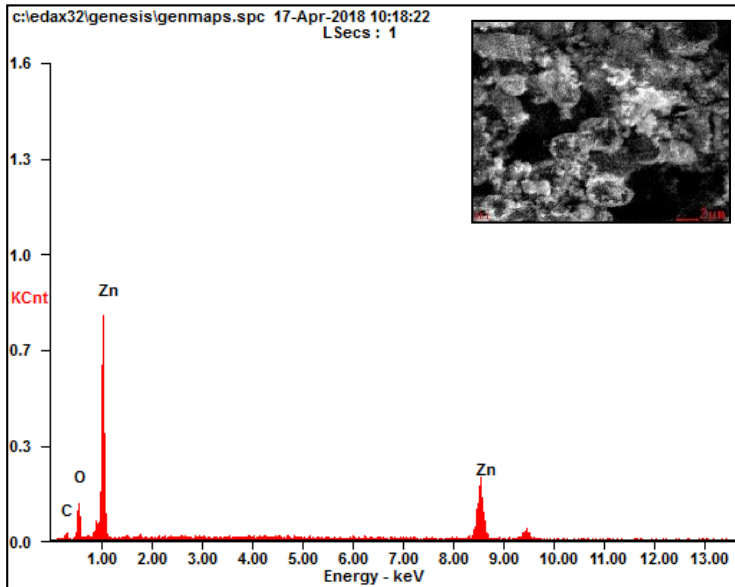
Tabel 4.4 Komposisi unsur penyusun ZnO/*reduced graphene oxide* 5%

Element	Wt%	At%
OK	11.93	33.70
ZnK	86.30	59.66
CK	01.77	06.64

Gambar 4.6 merupakan kurva yang menunjukkan komposisi unsur hasil pengujian terhadap komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 5%. Terlihat unsur Zn dan O serta C sebagai unsur penyusun pada senyawa tersebut dimana unsur C merupakan unsur pembentuk senyawa *reduced graphene oxide*. Pada **tabel 4** dapat



diamati besar persentase senyawa hasil uji EDX pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 5%. Dimana nilai Zn, yaitu 86.30% sangat jauh mendominasi dibanding unsur oksigen sebesar 11.93% dan unsur karbon sebesar 1.77%. Hal ini disebabkan masih terdapat unsur Zn yang tidak teroksidasi sehingga belum membentuk senyawa ZnO.



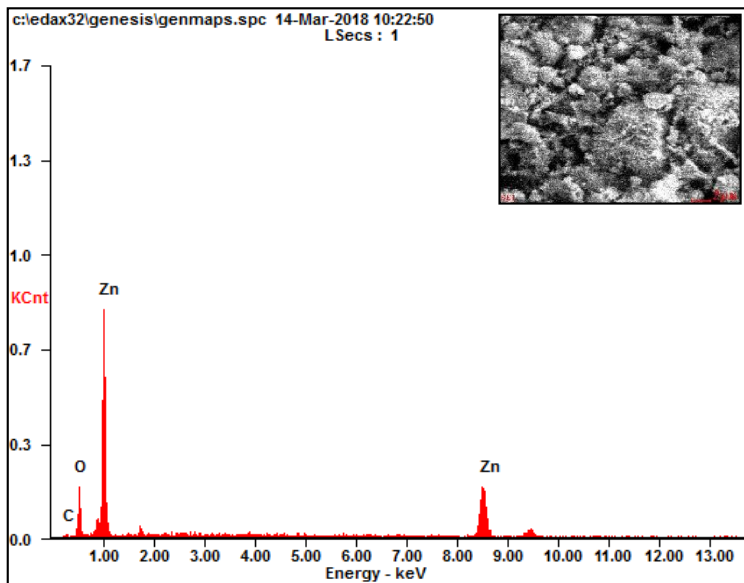
Gambar 4.7 Hasil pengujian EDX untuk ZnO/*reduced graphene oxide* 10%

Tabel 4.5 Komposisi unsur penyusun ZnO/*reduced graphene oxide* 10%

Element	Wt%	At%
OK	13.68	36.96
ZnK	84.27	55.70
CK	02.04	07.34



Gambar 4.7 merupakan kurva yang menunjukkan komposisi unsur hasil pengujian terhadap komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 10%. Terlihat unsur Zn dan O serta C sebagai unsur penyusun pada senyawa tersebut dimana unsur C merupakan unsur pembentuk senyawa *reduced graphene oxide*. Pada **tabel 5** dapat diamati besar persentase senyawa hasil uji EDX pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 10%. Dimana nilai Zn, yaitu 84.27% sangat jauh mendominasi dibanding unsur oksigen sebesar 13.68% dan unsur karbon sebesar 2.04%. Hal ini disebabkan masih terdapat unsur Zn yang tidak teroksidasi sehingga belum membentuk senyawa ZnO. Selain itu, dapat kita amati bahwa persentase unsur C juga meningkat. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan *reduced graphene oxide* yang dibentuk oleh unsur C semakin besar yaitu sebesar 10% (sebelumnya 5%).



Gambar 4.8 Hasil pengujian EDX untuk ZnO/*reduced graphene oxide* 15%



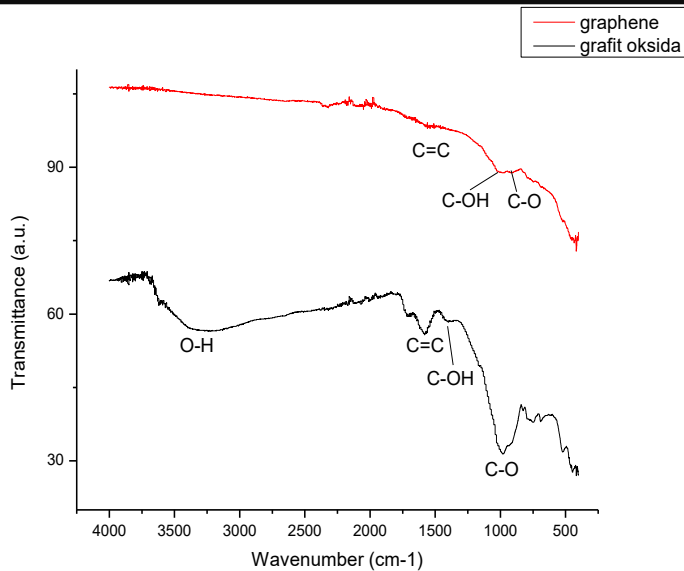
Tabel 4.6 Komposisi unsure penyusun ZnO/*reduced graphene oxide* 15%

Element	Wt%	At%
OK	12.13	31.26
ZnK	83.11	52.40
CK	04.76	16.34

Gambar 4.8 merupakan kurva yang menunjukkan komposisi unsur hasil pengujian terhadap komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 15%. Terlihat unsur Zn dan O serta C sebagai unsur penyusun pada senyawa tersebut dimana unsur C merupakan unsur pembentuk senyawa *reduced graphene oxide*. Pada **tabel 5** dapat diamati besar persentase senyawa hasil uji EDX pada komposit ZnO/*reduced graphene oxide* 15%. Dimana nilai Zn, yaitu 83.11% sangat jauh mendominasi dibanding unsur oksigen sebesar 12.13% dan unsur karbon sebesar 4.76%. Hal ini disebabkan masih terdapat unsur Zn yang tidak teroksidasi sehingga belum membentuk senyawa ZnO. Selain itu, dapat kita amati bahwa persentase unsur C juga meningkat disbanding variasi massa *reduced graphene oxide* 5% dan 10%. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan *reduced graphene oxide* yang dibentuk oleh unsur C semakin besar yaitu sebesar 15% (sebelumnya 5% dan 10%).

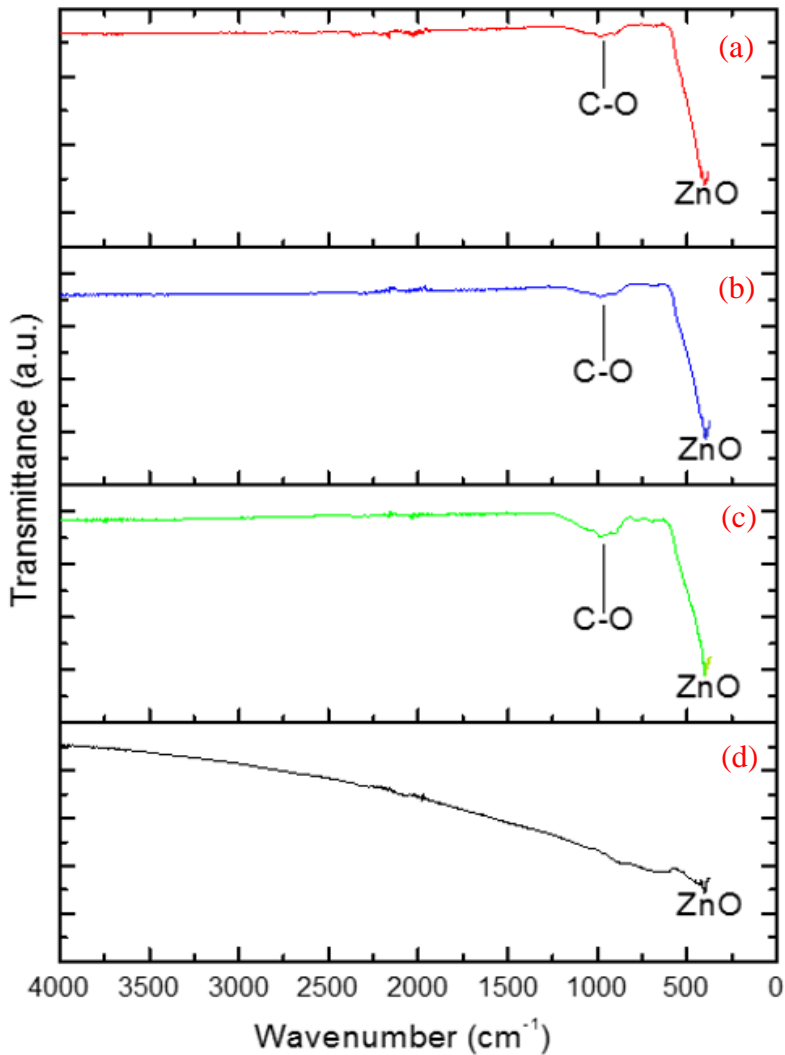
4.3 Hasil Pengujian FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Pengujian FTIR dilakukan terhadap grafit oksida, rGO, ZnO dan komposit ZnO/rGO dengan penambahan *reduced graphene oxide* 5%, *reduced graphene oxide* 10%, dan *reduced graphene oxide* 15%. Pengujian ini menggunakan mesin Nicolet IS10 dengan *range* panjang gelombang sebesar 500-4000 cm^{-1} . Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama proses sintesis.



Gambar 4.9 Hasil uji FTIR grafit oksida dan *reduced graphene oxide*

Gambar 4.9 merupakan hasil uji FTIR dari sampel grafit oksida dan *reduced graphene oxide*. Pada **gambar 4.9** dapat dilihat bahwa grafit oksida memiliki ikatan O-H dengan panjang gelombang 3293 cm^{-1} , kemudian terdapat ikatan C-OH dan C-O dengan panjang gelombang 1324 cm^{-1} dan 1003 cm^{-1} , dan ada juga ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1577 cm^{-1} . Hal ini sesuai dengan penelitian Zhang et. al. pada tahun 2018. Proses reduksi grafit oksida menjadi *reduced graphene oxide* menghilangkan ikatan O-H yang menunjukkan bahwa grafit oksida telah berhasil direduksi. Pada spektrum IR *reduced graphene oxide* dapat dilihat adanya ikatan C=C (*Aromatic*) dengan panjang gelombang 1675 cm^{-1} . Selain itu, pada spektrum IR *reduced graphene oxide* juga adanya ikatan C-OH dan C-O dengan panjang gelombang 1233 cm^{-1} dan 1012 cm^{-1} yang merupakan ikatan dari COOH. Ketiga ikatan tersebut yang mengindikasikan terbentuknya *reduced graphene oxide* pada senyawa yang diujikan.



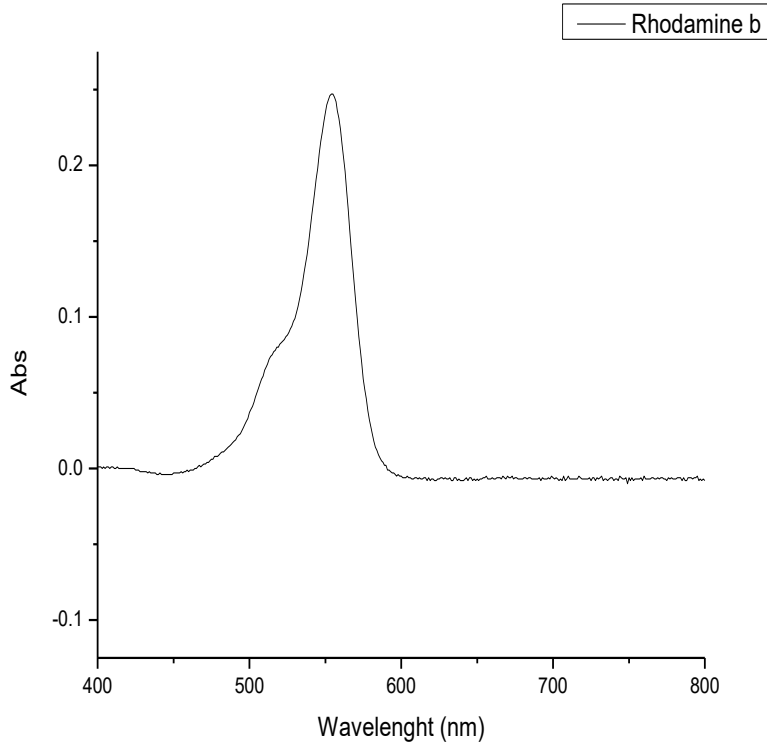
Gambar 4.10 Hasil pengujian FTIR (a) ZnO/reduced graphene oxide 15%, (b) ZnO/reduced graphene oxide 10%, (c) ZnO/reduced graphene oxide 5%, dan (d) ZnO



Gambar 4.10 merupakan hasil pengujian FTIR terhadap katalis ZnO dan komposit ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 5%, 10% dan 15%. Pada gambar terdapat ikatan Zn-O yang menandakan terbentuknya senyawa ZnO yang berada pada panjang gelombang 470 cm^{-1} . Hal ini bersesuaian dengan penelitian sebelumnya oleh Zhang et. al. pada tahun 2018. Selain ikatan Zn-O terdapat juga ikatan C-O yang menjadi ikatan khas yang mengindikasikan terbentuknya senyawa *reduced graphene oxide* pada panjang gelombang 1023 cm^{-1} . Dari hasil pengujian terhadap senyawa komposit ZnO/*reduced graphene oxide* tidak tampak ikatan O-H yang menjadi ciri khas dari grafit oksida. Hal ini disebabkan pembentukan senyawa komposit menggunakan metode reduksi langsung thermal dimana tidak ada menggunakan air menyebabkan ikatan O-H yang terbentuk dari hilang disebabkan oleh temperatur pemanasan.

4.4 Hasil Pengujian UV Vis

Spektrometri UV-Vis adalah salah satu metode analisis yang didasarkan pada penurunan intensitas cahaya yang diserap oleh suatu media. Pengujian UV Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang dari sampel Rhodamine B dan hasil degradasi dari pengujian fotokatalitik. Range panjang gelombang gelombang yang dipakai pada pengujian ini adalah 200-800 nm.



Gambar 4.11 Hasil uji UV Vis Rhodamine B

Gambar 4.11 merupakan hasil pengujian alat spektrometri UV Vis dari limbah tekstil *rhodamine b* dengan konsentrasi 12 ppm. Setelah dilakukan pengujian didapat bahwa panjang gelombang maksimum dari *rhodamine b* adalah 554 nm dan nilai absorbansinya adalah 0.247. Panjang gelombang maksimum dari *rhodamine b* berada pada range sinar tampak yaitu sekitar 400-700 nm.

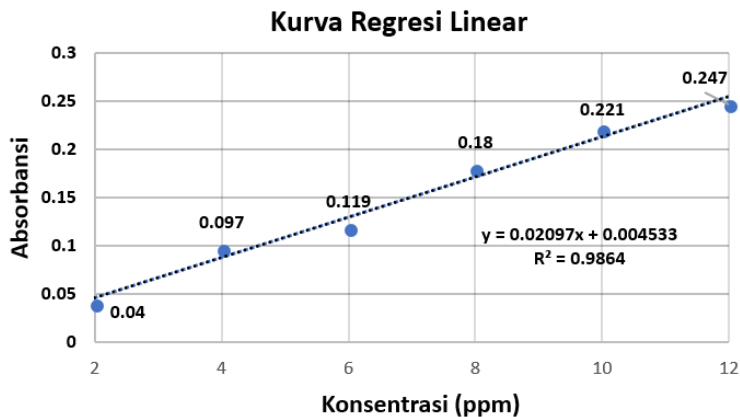
Panjang gelombang maksimum dari larutan *rhodamine b* yang diperoleh akan digunakan dalam pengukuran absorbansi larutan *rhodamine b* untuk pembuatan kurva kalibrasi dan penentuan absorbansi hasil degradasi.



Tabel 4.7 Nilai Absorbansi rhodamine b di tiap konsentrasi yang diujikan

No	Konsentrasi (ppm)	Nilai Absorbansi
1	2	0.04
2	4	0.097
3	6	0.119
4	8	0.18
5	10	0.221
6	12	0.247

Pembuatan kurva kalibrasi hasil degradasi dibuat dengan mengolah data dari deret larutan standar 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 ppm. Besar nilai absorbansi yang didapat dari hasil pengujian uv-vis terhadap deret larutan ditunjukkan pada **tabel 4.7**. Data pada **tabel 4.7**



Gambar 4.12 Kurva regresi linear

Selanjutnya data nilai absorban tiap deret larutan dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear untuk mendapatkan nilai regresi dan koefisien determinasi dari data tersebut. Sehingga didapatkan persamaan regresi linear $y = 0,02097x + 0,004533$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,9864$, dimana y adalah nilai



absorbansi dan x adalah besar konsentrasi (ppm). Nilai R^2 mendekati satu menunjukkan bahwa hubungan yang linear antara konsentrasi dan absorbans. Berdasarkan persamaan tersebut, konsentrasi larutan *rhodamine b* dapat dihitung dengan memasukkan nilai absorbansnya. Kurva regresi linear dapat dilihat pada **gambar 4.12**.

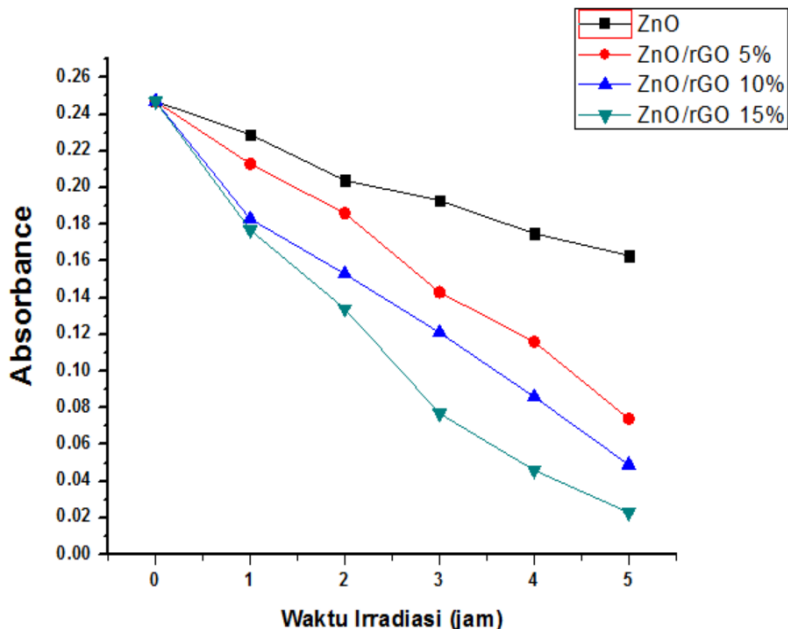
4.5 Hasil Pengujian Fotokatalitik

Pengujian fotokatalitik dilakukan untuk mengetahui hasil kinerja katalis ZnO yang telah dikompositkan dengan senyawa *reduced graphene oxide* dengan variasi massa. Pengujian ini dilakukan selama selang waktu 5 jam dengan menggunakan sinar tampak.

Tabel 4.8 Nilai absorbansi hasil degradasi ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi massa 5%, 10% dan 15%.

Waktu Penyinaran (jam)	ABSORBANSI			
	ZnO	5% rGO	10% rGO	15% rGO
0	0.247	0.247	0.247	0.247
1	0.229	0.213	0.183	0.177
2	0.204	0.186	0.153	0.134
3	0.193	0.143	0.121	0.077
4	0.175	0.116	0.086	0.046
5	0.163	0.074	0.049	0.023

Tabel 4.8 menunjukkan hasil degradasi sampel ZnO dan komposit ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 5%, 10%, dan 15% dalam bentuk nilai absorbans. Dengan melihat data yang tersaji, *rhodamine b* terdegradasi tiap jam nya di tiap sampel (tidak ada yang stagnan).



Gambar 4.13 Diagram absorbans hasil degradasi rhodamine b oleh katalis ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi penambahan massa 5%, 10% dan 15%.

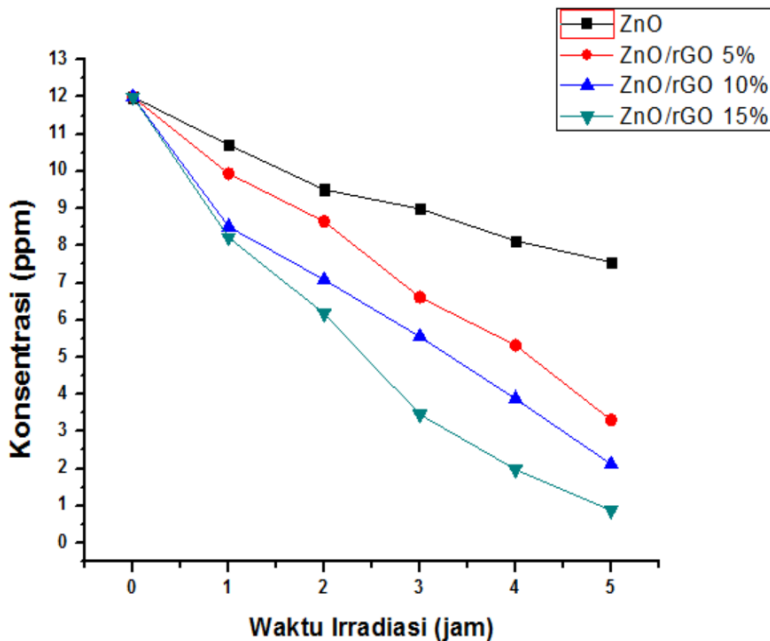
Gambar 4.13 merupakan diagram titik hasil representasi dari **tabel 4.8**. Dengan melihat tren yang terdapat pada grafik, dapat dianalisis bahwa konsentrasi rhodamine b menurun seiring dengan penambahan lama penyinaran (irradiasi). Hal ini dibuktikan dengan semakin menurunnya angka absorbansi di tiap jam dilakukan penyinaran.

Dengan melihat **tabel 4.8** dan **gambar 4.13**, katalis ZnO mengalami penurunan nilai absorbansi di tiap jamnya. Nilai absorbansi secara berturut-turut dari 0 jam sampai dengan 5 jam yaitu: 0.247, 0.229, 0.204, 0.171, 0.165, dan 0.121. Jika diperhatikan, nilai degradasi ZnO merupakan yang paling besar di tiap jamnya dan paling sedikit mengalami penurunan. Hal ini mengindikasikan bahwa hasil degradasi dari katalis ZnO tanpa penambahan *reduced*



graphene oxide merupakan yang paling kecil dari semua variable pengujian. Hal ini disebabkan karena katalis ZnO tanpa penambahan *reduced graphene oxide* tidak efektif bekerja pada sinar tampak. Range panjang gelombang ZnO berada pada kisaran 200-400 nm (range panjang gelombang sinar UV), sementara pada pengujian ini menggunakan penyinaran dari sinar tampak berada pada range 400-700nm dikarenakan rhodamine b sendiri memiliki panjang gelombang sebesar 554 nm sehingga penyinaran yang dilakukan harus berada pada range panjang gelombang tersebut.

Komposit ZnO dengan penambahan 5% *reduced graphene oxide* memiliki nilai absorbans sebesar 0.247, 0.213, 0.186, 0.143, 0.116, dan 0.074 berturut dari 0 jam sampai dengan 5 jam setelah mengalami proses pengujian fotokatalitik. Untuk penambahan *reduced graphene oxide* sebesar 10% nilai absorbans yang dihasilkan yaitu: 0.247, 0.183, 0.12, 0.086, dan 0.039. Untuk ZnO dengan penambahan 15% *reduced graphene oxide* dihasilkan nilai absorbans sebesar 0.247, 0.177, 0.134, 0.77, 0.046, dan 0.023. Melihat data yang dihasilkan ke-empat sampel pengujian, nilai absorbans yang paling kecil adalah hasil degradasi katalis ZnO dengan penambahan 15% *reduced graphene oxide*. Semakin kecil nilai absorbans yang dihasilkan maka, semakin besar efisiensi kinerja katalis. Hal ini terjadi karena adanya bantuan dari *reduced graphene oxide* yang memiliki luas permukaan aktif yang luas yaitu sebesar 2600 m²/g sehingga pembentukan super anion dan OH[·] Semakin banyak dan mempercepat proses degradasi (Sing et. al. 2011).



Gambar 4.14 Diagram konsentrasi hasil degradasi *rhodamine b* oleh katalis ZnO dan komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan variasi penambahan massa 5%, 10% dan 15%.

Gambar 4.14 merupakan diagram hasil representasi hasil degradasi *rhodamine b* dalam bentuk penurunan konsentrasi. Data hasil degradasi *rhodamine b* pada **tabel 4.8** dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear $y = 0,02097x + 0,004533$. Dimana nilai absorbansi yang didapat menjadi nilai variabel y dan konsentrasi larutan adalah variabel x . Nilai konsentrasi larutan hasil degradasi dilambangkan dalam satuan ppm.

Representasi diagram konsentrasi pada **gambar 4.14** terlihat hampir tidak memiliki perbedaan dengan diagram absorbansi pada **gambar 4.13**. Hal ini disebabkan laju pengurangan absorbansi benbanding lurus dengan pengurangan nilai konsentrasi dari



larutan. Nilai konsentrasi didapat dari hasil perkalian nilai absorbans terhadap persamaan regresi linear yang dibentuk. Semakin kecil nilai konsentrasi maka, semakin banyak *rhodamine b* yang didegradasi oleh katalis dan komposit.

Pada **gambar 4.14** nilai konsentrasi ZnO tanpa penambahan material *reduced graphene oxide* adalah 12 ppm, 10.71 ppm, 9.51 ppm, 8.99 ppm, 8.13 ppm, dan 7.56 ppm secara berturut dari mulai 0 jam sampai dengan 5 jam penyinaran. Komposit ZnO dengan penambahan 5% *reduced graphene oxide* memiliki nilai konsentrasi sebesar 12 ppm, 9.94 ppm, 8.65 ppm, 6.61 ppm, 5.32 ppm, dan 3.31 ppm berturut dari 0 jam sampai dengan 5 jam setelah mengalami proses pengujian fotokatalitik. Untuk penambahan *reduced graphene oxide* sebesar 10% nilai absorbans yang dihasilkan yaitu: 12 ppm, 8.51 ppm, 7.08 ppm, 5.55 ppm, 3.88 ppm dan 2.12 ppm. Untuk ZnO dengan penambahan 15% *reduced graphene oxide* dihasilkan nilai konsentrasi sebesar 12 ppm, 8.22 ppm, 6.17 ppm, 3.46 ppm, 1.98 ppm, dan 0.88 ppm secara berturut dari 0 jam sampai dengan 5 jam setelah mengalami proses pengujian fotokatalitik.

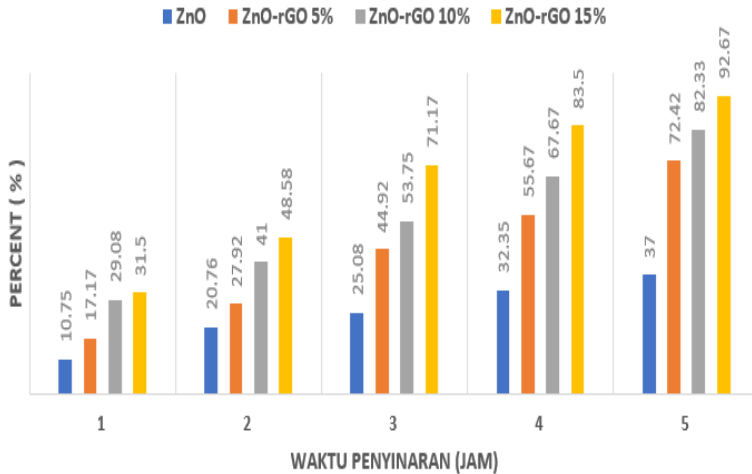
Melihat data tersebut didapat bahwa nilai konsentrasi katalis ZnO tanpa penambahan *reduced graphene oxide* merupakan nilai konsentrasi paling besar diantar semua variabel pengujian yang mengindikasikan bahwa katalis ZnO tanpa penambahan *reduced graphene oxide* merupakan variabel pengujian yang paling lambat untuk mendegradasi limbah *rhodamine b*. Hal ini disebabkan panjang gelombang katalis ZnO yang berada diluar *range* gelombang sinar tampak serta ZnO memiliki luas permukaan aktif yang lebih kecil dibanding dengan ke-empat variabel pengujian. Nilai konsentrasi yang dihasilkan komposit ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* signifikan jika dibandingkan dengan nilai yang konsentrasi yang dihasilkan oleh ZnO tanpa penambahan *reduced graphene oxide*. Nilai konsentrasi terkecil yang dihasilkan komposit adalah hasil degradasi komposit ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 15%. Hal ini disebabkan karena adanya bantuan dari *reduced graphene oxide* yang memiliki luas permukaan aktif

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



yang luas yaitu sebesar $2600 \text{ m}^2/\text{g}$ sehingga pembentukan super anion dan OH^- semakin banyak dan semakin mempercepat proses degradasi (Sing et. al. 2011).

EFISIENSI DEGRADASI VARIABEL



Gambar 4.15 Diagram batang efisiensi degradasi *rhodamine b* oleh ZnO dan komposit ZnO dengan penambahan variasi *grapehene*.

Gambar 4.15 merupakan diagram batang efisiensi hasil degradasi *rhodamine b* oleh setiap variabel pengujian. Diagram ini membandingkan efisiensi pengurangan degradasi oleh tiap variabel di tiap jamnya. Melihat diagram yang tersaji, terdapat tren bahwa hasil degradasi meningkat seiring dengan meningkatnya lama penyinaran yang diberikan terhadap variabel. Variabel ZnO tanpa penambahan *reduced graphene oxide* merupakan variabel yang nilai degradasinya paling kecil di tiap jamnya yaitu sebesar 10.75% di jam pertama, 20.76% di jam kedua, 25.08% di jam ketiga, 32.35% di jam keempat, dan 37.0% di jam kelima. Selain itu, terdapat variabel komposit ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* 15% yang memiliki nilai efisiensi degradasi



terbesar di tiap jamnya dibanding dengan variabel lainnya yaitu sebesar 31.5% pada jam pertama, 48.58% pada jam kedua, 71.17 pada jam ketiga, 83.5% pada jam keempat, dan 92.67% pada jam kelima.

Berdasarkan data tersebut, dapat diperhatikan bahwa katalis ZnO dengan diberi penambahan material *reduced graphene oxide* sebanyak 15% memiliki tingkat efisiensi paling tinggi dari semua material variasi penelitian. Hal ini terjadi karena dengan penambahan rGO maka luas permukaan aktif dari katalis akan semakin besar karena rGO memiliki luas permukaan aktif yang besar ($2600 \text{ m}^2/\text{g}$) dimana pada proses fotokatalitik ketika cahaya menyinari katalis maka electron yang berada pada pita valensi akan tereksitasi dan akan menghasilkan *hole*. *Hole* akan memecah air membentuk suatu hidroksil radikal (OH^*). Hidroksi radikal tersebut kemudian akan bereaksi dengan *Rhodamine B* dan memecah senyawa organik tersebut menjadi senyawa intermediet lain yang akan mengalami reaksi lebih lanjut. Elektron yang tereksitasi akan bereaksi dengan oksigen untuk membentuk spesi anion super oksida. Anion super oksida akan bereaksi dengan senyawa hasil pemecah molekul organik membentuk produk, dengan adanya penambahan rGO maka luas permukaan aktif akan semakin besar sehingga electron yang tereksitasi akan menuju pada permukaan rGO dimana electron tersebut akan bereaksi dengan oksigen dan membentuk superanion oksida. Siklus ini akan berlangsung secara berulang sampai *rhodamine b* selesai terdegradasi (Zhang *et. al.* 2014). Seperti ditunjukkan pada **tabel 4.2** bahwa material dengan penambahan *reduced graphene oxide* sebanyak 15% memiliki ukuran kristal paling kecil dibandingkan dengan ketiga sampel variasi lainnya. Hal ini berpengaruh terhadap lebarnya luas permukaan penampang material. Semakin kecil ukuran kristal, maka semakin besar pula luas penampang yang dihasilkan material tersebut. Sebaliknya, semakin besar ukuran kristal yang dihasilkan maka luas penampang yang dihasilkan juga akan semakin kecil.

Jika penelitian ini dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yakni penelitian Linyu Zhu dkk. pada tahun yang sama

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



2018, penelitian ini memiliki tingkat keberhasilan yang baik. Dimana pada penelitiannya Linyu Zhu dkk. mencoba membandingkan material zink oksida dengan komposit zink oksida dan material *graphene* dengan variasi penambahan massa sebesar 5%, 15% dan 25%. Pada penelitian tersebut didapatkan hasil bahwa penambahan 15% *graphene* dapat mendegradasi larutan *rhodamine B* sebesar 98.5% dengan bantuan lampu sinar tampak selama 35 menit dengan daya sebesar 300watt. Jika dilakukan perhitungan dalam penggunaan energi dalam satuan *joule per second*, maka energi yang digunakan pada penelitian ini baru menggunakan 57% besar energi yang digunakan pada penelitian Linyu Zhu dkk. dan telah menghasilkan tingkat efisiensi degradasi sebesar 92.67%.

Sumber energi merupakan salah satu faktor yang berpengaruh terhadap tingkat efektifitas proses fotokatalitik dimana kuat lemahnya energi sinar mempengaruhi kecepatan degradasi larutan. Selain itu, lamanya penyinaran yang diberikan terhadap sampel juga mempengaruhi tingkat efisiensi degradasi terhadap larutan. Melihat energi yang digunakan dan tren degradasi pada penelitian ini, jika kedua penilitan ini dibandingkan maka jika menggunakan energi serupa atau dengan kata lain mencapai titik 100% tingkatan efisiensi degradasi larutan pada penelitian ini dapat meningkat. Dengan kata lain, dapat disimpulkan bahwa penelitian ini dapat dikategorikan baik jika dibandingkan dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya.

4.6 Hasil Pengujian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)

Kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS) adalah metode yang mengkombinasikan kromatografi gas dan spektrometri massa untuk mengidentifikasi senyawa yang berbeda dalam analisis sampel. Pengujian GC-MS dilakukan untuk mengetahui senyawa-senyawa yang terkandung pada larutan *Rhodamine B* setelah terdegradasi oleh katalis. Larutan yang diuji adalah larutan setelah penyinaran selama 5 jam. Berikut adalah hasil dari pengujian GC-MS.



Tabel 4.9 Hasil uji GC-MS

No	Nama	Rumus Kimia	Area (%)
1	Ethanol	C_2H_6O	29.87
2	Methanol	CH_3OH	27.21
3	Methanol	CH_3OH	40.82
4	Undecanol	$C_{11}H_{24}O$	0.1
5	Oxalic acid	$C_2H_2O_4$	0.5
6	Tetracosahexaene	$C_{24}H_{38}$	0.73
7	Dodeceny succinic anhydride	$C_{16}H_{26}O_3$	0.11
8	Benzenedicarboxylic acid	$C_{24}H_{38}O_4$	0.27
9	Octadecenamide	$C_{18}H_{34}ON$	0.17
10	Dodecyldisulfanyl	$C_{16}H_{26}O_3$	0.23

Tabel 4.9 menunjukkan hasil pengujian dari GC-MS. Pada pengujian larutan yang dipakai adalah larutan Rhodamine B yang dilarutkan dalam etanol. Pada larutan terdapat methanol dimana larutan ini adalah larutan yang ditambahkan pada sampel saat pengujian karena metanol lebih mudah menguap sehingga pengujian dapat dilakukan. Dan dari tabel diatas didapatkan senyawa-senyawa yang tidak bersifat beracun sehingga dapat disimpulkan bahwa setelah larutan *Rhodamine B* didegradasi akan menghasilkan senyawa yang tidak beracun dan ramah lingkungan. Melalui hasil pengujian GCMS yang tidak mengindikasikan terdapatnya unsur berbahaya Cl^- , dapat disimpulkan bahwa unsur Cl^- menguap ke udara disebabkan adanya panas yang diterima sampel saat pengujian fotokatalitik dan botol juga terbuka saat akan mengambil sampel untuk dilakukan pengujian. Namun, dari hilangnya unsur Cl^- dari sampel yang telah didegradasi dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil degradasi oleh komposit ZnO/rGO ramah lingkungan dan tidak berbahaya seperti sebelumnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa:

Penelitian ini telah berhasil mensintesis komposit ZnO/*reduced graphene oxide* dengan *precursor* serbuk zink. Dari penelitian didapatkan bahwa persen degradasi setelah penyinaran selama 5 jam dengan katalis ZnO, ZnO/*reduced graphene oxide* 5%, ZnO/*reduced graphene oxide* 10% dan ZnO/*grapehen* 15% berturut-turut adalah 37,0%; 72,42%; 82,33% dan 92,67%. ZnO dengan penambahan *reduced graphene oxide* 15% memiliki persen degradasi yang paling tinggi.

5.2 SARAN

Beberapa saran yang perlu diperhatikan untuk penelitian berikutnya adalah:

1. Saat mensintesis grafit oksida diharapkan dicuci sampai pH netral agar hasil yang didapatkan lebih baik.
2. Dapat dilakukan penelitian lain dengan variasi atau parameter lain.
3. Komposisi antara serbuk zink dan *reduced graphene oxide* lebih diperhatikan agar serbuk zink yang dioksidasi lebih merata.



(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Arief, S., Safni, Roza, P., 2007. "Degradasi Senyawa Rhodamin B Secara Sonolisis dengan Penambahan TiO₂ Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel", **Jurnal Riset Kimia** 1, 64-70.
- Azizah, L. Nur., 2014. "Pengaruh Variasi Kadar Zn Dan Temperatur *Hydrothermal* Terhadap Struktur Dan Nilai Konduktivitas Elektrik Material *Reduced graphene oxide*". **Indonesian Journal of Chemistry** 6, 18-40.
- Barka, N., Assabbane, A., Nounah, A., Dussaud, J., Ait Ichou, Y., 2008. "Photocatalytic Degradation of Methyl Orange with Immobilized TiO₂ Nanoparticles: Effect of pH and Some Inorganic Anions". **Physical Chemistry News** 41, 85-88.
- Barka, N., Qourza, S., Assabbane, A., Nounah, A., Ait-Ichou, Y., 2008. "Factors Influencing the Photocatalytic Degradation of Rhodamine B by TiO₂-Coated Non-Woven Paper". **Journal of Photochemistry and Photobiology A : Chemistry** 195, 346-351.
- Carraway, E.R.A.et.al., 1994. "Photocatalytic Oxidation of Organic Acids on Quantum-Sized Semiconductor Colloids". **Enviromental Sciene and Technology** 28, 786-793.
- Chaundhary, S., P. K. Luthra, dan Kumar, A., 2013. "Use of *Reduced graphene oxide* as A Patch Material in Comparison to The Copper and Other Carbon Nanomaterials". **International Journal of Emerging Technologies in Computational and Applied Sciences**, 272-279.
- Chen, C.S., Liu, C.S., L.W. Lin, et al., 2013. "Multi-walled carbon nanotube-supported metal-doped ZnO nanoparticles and their photocatalytic property". **J. Nanoparticle Res.** 15, 1–9.
- Chen, Z., Zhang, N., Xu, Y., "Synthesis of *reduced graphene oxide*-ZnO nanorod nanocomposites with improved photoactivity and anti-photocorrosion", **Cryst. Eng. Comm** 15, 3022–3030.

- Choi, W., dan J. Lee., 2012. “*Reduced graphene oxide: Synthesis and Applications*. Boca Ranton: Taylor & Francis Group”. **Nano Energy** 1(4), 534-551.
- Choi, H. J., Jung, S. M., Seo, J. M., Chang, D. W., Dai, L., & Baek, J. B., 2012. “*Reduced graphene oxide for energy conversion and storage in fuel cells and supercapacitors*”. **Nano Energy** 1(4),534-551.
- Daneshvar, N., Ayazloo, M., and Khatae, AR., 2007. “Biological Decolourization of Dye Solution Containing Maltene Green by Microalgae *Cosmarium* sp”. **Bioresource Technology** 2, 29: 1-7.
- Dey, R. S., Saumen Hajra, Ranjan K. Sahu, C, Retna Raj, dan M. K. Panigrahi. January 2012. “A rapid room temperature chemical route for the synthesis of *reduced graphene oxide*: metal-mediated reduction of *reduced graphene oxide*”. **Chemistry Communication** 48: 1787-1789.
- Fatimah, I., Sugiharto, E., Wijaya, K., Tahir, I., & Kamalia. 2006. “Titanium Oxide Dispersed On Natural Zeolite (TiO₂/Zeolite) And Its Application For Congo Red Photodegradation” . **Indonesian Journal of Chemistry** 6(1), 8-42.
- He, J., Niu, C., C. Yang, et al., 2014. “Reduced *reduced graphene oxide* anchored with zinc oxide nanoparticles with enhanced photocatalytic activity and gas sensing properties”. **RSC Adv.** 4, 60253–60259.
- Hye, M., Jayabal, S., Lim, H. N., Lee, H. W., & Huang, N. M. 2017. "Synthesis of nitrogen-doped reduced *reduced graphene oxide* oxide- multiwalled carbon nanotube composite on nickel foam as xxiv electrode for high-performance supercapacitor". **Ceramics International**, 43(1), 20-27.
- Khan, R., Hassan, M.S., L.W. Jang, *et. al.*, 2014. “Low-temperature synthesis of ZnO quantum dots for photocatalytic degradation of methyl orange dye under UV irradiation” **Ceram. Int.** 40, 14827–14831.

- Laksono, E.W., 2009. “Kajian Penggunaan Absorben sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Zat Pewarna Tekstil”. **Indonesian Journal of Chemistry** 6, 8-42.
- Li, X., Wang, Q., Y. Zhao, et al., 2013. “Green synthesis and photo-catalytic performances for ZnO-reduced *reduced graphene oxide* nanocomposites”. **J. Colloid Interface Sci.** 411, 69–75.
- Liu, Panbo, Ying Huang, dan Lei Wang. 2013. “A *facile synthesis of reduced reduced graphene oxide oxide with Zn powder under acidic condition*”. **Materials Letters** 91: 125-128
- Manurung, R., Hasibuan, R., Irvan, 2004. “**Perombakan Zat Warna Azo Reaktif secara Anaerob-Aerob**”. Medan.
- Merck. 2000. **The Merck Index on CD-Room Version 12:3**. USA: Merck & Co, Inc.
- Novoselov, K.S., Geim, A.K., Morozov, S.V., D., Jiang, M.I., Katsnelson, I.V., Grigorieva, S.V.,
- Dubonos, dan A.A., Firsov. 2005. “Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in *reduced graphene oxide*”. **Nature** 438, 197 200.
- Nugroho, P., 2004. **Devais Mikroelektronika ZnO**. Yogyakarta: Teknik Elektro UGM.
- Ozgur. U., Reshchikov, M., Avrutin, V., 2005. “A Comprehensive Review of ZnO Materials and device. Journal of the applied Physic”. **Cryst. Eng. Comm** 15, 302–303.
- Pradita, J.H., dan Susanti, D. 2015. “*Analisa Pengaruh Massa Zinc dan Jenis Larutan Elektrolit Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Reduced graphene oxide*”. Surabaya: **Tugas Akhir**, ITS
- Prado, A.G.S., Bolzon, L.B., Pedroso, C.P., Moura, A.O., & Costa, L.L. 2008. Nb₂O₅ as “Efficient and Recyclable Photocatalyst for Indigo Carmine Degradation” . **Appl. Catal. B: Environ**, 82, 219–224.

- Sakthive, S. *et.al.* , 2003. “Solar photocatalytic degradation of azo dye comparison of photocatalytic efficiency of ZnO and TiO₂”. **Solar Energy Materials Solar Cell** 77, 65-82.
- Singh, V., Joung, D., Zhai, L., Das, S., Khondaker, S. I., & Seal, S. 2011. “*Reduced graphene oxide* based materials: past, present and future”. **Progress in materials science** 56(8), 1178-1271.
- Tan, L.L., Ong, W.J., Chai, S.P. et al., 2013. “Reduced *reduced graphene oxide* oxide-TiO₂ nanocomposite as a promising visible-light-active photocatalyst for the conversion of carbon dioxide”. **Nanoscale Res. Lett** 8, 1–9.
- Tanaka, K. *et. al.*, 2000. “Photocatalytic degradation of commercial azo dyes”. **Water research** 34, 327-333.
- Terrones, M., et al., 2010. “*Reduced graphene oxide* and Graphite Nanoribbons: Morphology, Properties, Synthesis, Defect and Application”. **Nano Today**, 351-372.
- Trestianti, M., 2003. “Analisis Rhodamin B Pada Makanan dan Minuman Jajanan Anak SD (Studi Kasus: sekolah Dasar di Kecamatan Margaasih Kabupaten Bandung)” . **Department-of-EnvironmentalEngineering**, 23-28.
- Ullah, K., Ye, S., L. Zhu, et al., 2014. “Noble metal doped *reduced graphene oxide* nanocomposites and its study of photocatalytic hydrogen evolution”. **Solid State Sci.** 31, 91–98.
- Wang, P.Q., Bai, Y., Luo, P.Y., et al., 2013. “*Reduced graphene oxide*-WO₃ nanobelt composite: elevated conduction band toward photocatalytic reduction of CO₂ into hydrocarbon fuels”. **Catal. Commun.** 38, 82–85.
- Yadav, A., dan Yadav, B. C., 2012. “A Mechanochemical Synthesis of Nanostructured Zinc Oxide Via Acetate Route for LPG Sensing”. **Journal of Experimental Nanoscience**, ISSN **1745-8080 print/ISSN 1745-8099 online**, 1-11.
- Yarahmadi, A., Sharifnia, S., 2014. “Dye photosensitization of ZnO with metallophthalocyanines (Co, Ni and Cu) in

- photocatalytic conversion of greenhouse gases". **Dyes Pigments** 107, 140–145.
- Yu, C., Yang, K., Y. Xie, et al., 2013. "Novel hollow Pt-ZnO nanocomposite microspheres with hierarchical structure and enhanced photocatalytic activity and stability". **Nanoscale** 5, 2142–2151.
- Yu, J., Jin, J., B. Cheng, et al., 2014. "A noble metal-free reduced *reduced graphene oxide*–CdS nanorod composite for the enhanced visible-light photocatalytic reduction of CO₂ to solar fuel". **J. Mater. Chem. A** 2, 3407–3416.
- Zhao, J., Ren, W., Cheng, H.M., 2012. "*Reduced graphene oxide* sponge for efficient and repeatable adsorption and desorption of water contaminations". **J. Mater. Chem.** 22, 20197–20202.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

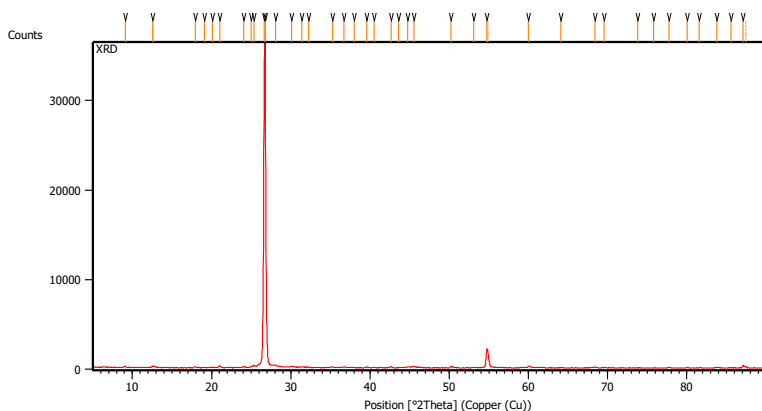
LAMPIRAN

I. Grafik XRD

Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]	5.0084
End Position [$^{\circ}2\theta$.]	89.9744
Step Size [$^{\circ}2\theta$.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}2\theta$.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

a. Grafit

Main Graphics, Analyze View



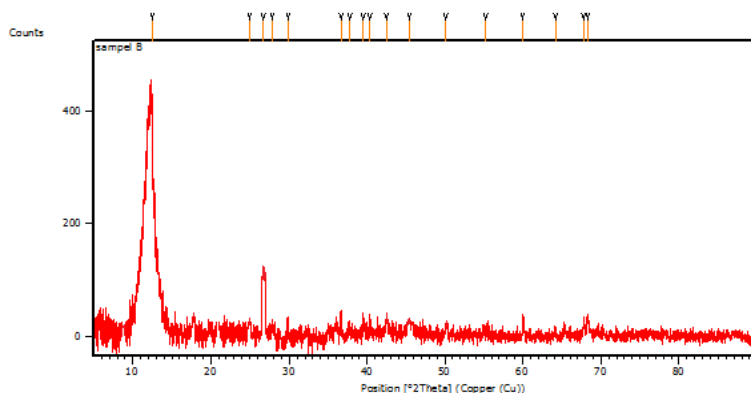
Peak List.

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.0838	77.16	0.2676	9.73552	0.22
12.5894	180.00	0.1673	7.03139	0.52
17.9721	100.40	0.1004	4.93576	0.29
19.1068	51.50	0.2342	4.64512	0.15
20.0945	61.52	0.1673	4.41899	0.18
21.0209	232.95	0.2342	4.22628	0.68
24.0743	106.33	0.1673	3.69672	0.31
24.9717	150.99	0.2007	3.56587	0.44
25.3141	278.96	0.0502	3.51841	0.81
26.6309	31574.51	0.1171	3.34735	91.87
26.7662	34368.09	0.1338	3.33075	100.00
28.0879	292.04	0.2342	3.17694	0.85
30.0739	126.57	0.3346	2.97152	0.37
31.3646	93.49	0.2676	2.85212	0.27
32.2368	56.69	0.3346	2.77692	0.16
35.2381	96.87	0.1673	2.54698	0.28

36.7223	116.57	0.2007	2.44737	0.34
37.9626	33.66	0.4684	2.37022	0.10
39.5586	71.19	0.1673	2.27820	0.21
40.5027	35.46	0.2676	2.22725	0.10
42.6817	113.63	0.1673	2.11845	0.33
43.6304	27.74	0.4015	2.07456	0.08
44.7815	133.58	0.2342	2.02388	0.39
45.5535	168.62	0.1004	1.99136	0.49
50.2162	153.07	0.1338	1.81684	0.45
53.0757	24.26	0.4015	1.72551	0.07
54.7517	2102.44	0.1428	1.67520	6.12
54.8880	1806.72	0.1224	1.67551	5.26
60.0249	162.41	0.2448	1.54002	0.47
64.0796	23.42	0.6528	1.45200	0.07
68.3654	97.13	0.3264	1.37104	0.28
69.5825	33.66	0.4896	1.35001	0.10
73.7582	10.67	0.9792	1.28356	0.03
75.8126	30.99	0.4896	1.25380	0.09
77.7749	56.82	0.3264	1.22700	0.17
80.0747	37.39	0.4080	1.19744	0.11
81.5215	34.14	0.6528	1.17981	0.10
83.7547	63.29	0.4896	1.15394	0.18
85.5896	31.95	0.8160	1.13384	0.09
87.1049	276.31	0.1428	1.11797	0.80
87.4384	150.33	0.1224	1.11733	0.44

b. Grafit Oksida

Main Graphics, Analyze View



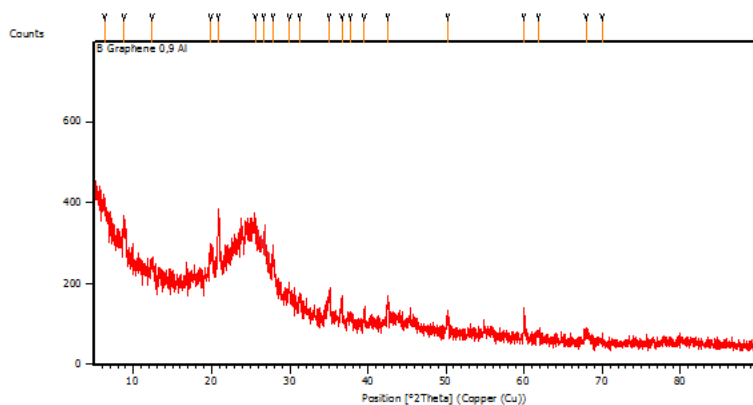
Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.4582	343.10	0.1338	7.10515	92.59
17.8014	67.12	0.1673	4.98271	5.63
20.9656	111.55	0.0836	4.23731	4.00
24.9900	135.17	0.0669	3.56331	6.45
26.7299	531.19	0.0836	3.33518	26.50
27.8930	26.08	0.5353	3.19870	4.91
29.8724	18.74	0.4015	2.99111	3.53
36.6188	35.60	0.1004	2.45406	6.70
37.7541	13.61	0.4015	2.38283	2.56
39.5409	25.44	0.2007	2.27917	4.79
40.3685	18.64	0.2007	2.23434	3.51
42.4777	42.94	0.2007	2.12815	8.08
45.4519	145.67	0.2007	1.99557	5.42
50.1709	57.13	0.2007	1.81838	7.76
55.2247	9.47	0.8029	1.66334	1.78
60.0227	34.75	0.1004	1.54135	6.54

64.1353	13.14	0.2007	1.45208	2.47
67.7649	28.11	0.1338	1.38287	5.29
68.3096	27.94	0.2676	1.37316	5.26

c. Reduced graphene oxide

Main Graphics, Analyze View



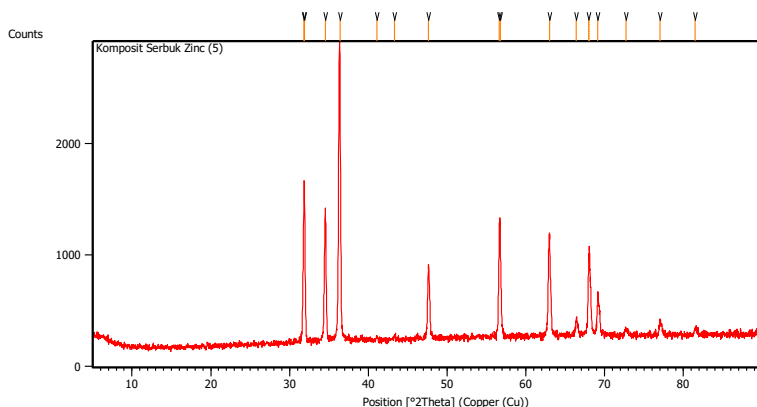
Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.3343	24.36	0.4015	13.95375	4.82
8.8294	65.45	0.3346	10.01541	12.95
12.3780	30.91	0.4015	7.15096	6.11
19.8916	51.46	0.3346	4.46359	10.18
20.8750	117.61	0.2342	4.25549	23.27
25.5410	56.44	0.5353	3.48768	11.17
26.6183	505.51	0.2676	3.34891	100.00
27.8650	62.44	0.2007	3.20185	12.35
29.9554	28.54	0.5353	2.98301	5.65
31.2748	27.20	0.2007	2.86011	5.38
35.0288	54.00	0.2676	2.56172	10.68
36.6563	51.12	0.2342	2.45163	10.11
37.6784	13.59	0.4015	2.38744	2.69
39.4880	23.24	0.2007	2.28211	4.60
42.5393	53.68	0.1338	2.12521	10.62
50.2029	48.23	0.2007	1.81729	9.54

60.0227	74.92	0.0612	1.54007	14.82
61.8456	14.56	0.3346	1.50022	2.88
67.9014	21.34	0.8029	1.38042	4.22
70.0122	4.77	0.9368	1.34388	0.94

d. ZnO

Main Graphics, Analyze View

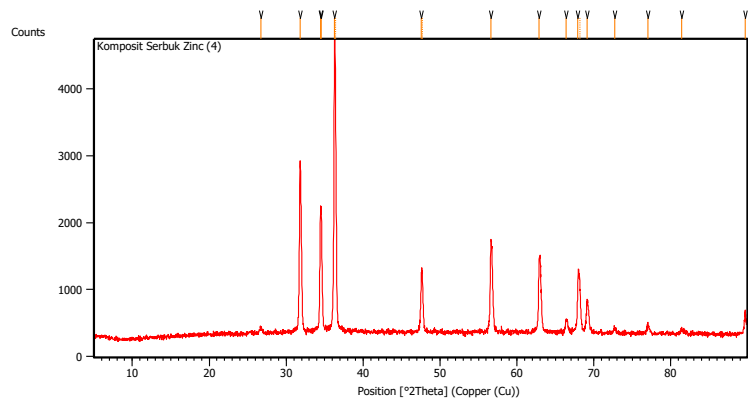


Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d- spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.8155	1377.38	0.1020	2.81039	56.56
31.8932	1412.41	0.0836	2.80605	58.00
34.5573	1104.20	0.1840	2.59558	45.34
36.4001	2435.36	0.2509	2.46830	100.00
41.0780	25.51	0.4015	2.19737	1.05
43.3366	39.59	0.2007	2.08794	1.63
47.5997	625.24	0.1004	1.91042	25.67
56.6290	995.83	0.0816	1.62404	40.89
56.7194	1004.91	0.0816	1.62166	41.26
62.9932	865.25	0.1673	1.47563	35.53
66.4196	156.71	0.1004	1.40757	6.43
67.9766	679.64	0.1224	1.37794	27.91
68.0666	752.13	0.0816	1.37975	30.88
69.1415	374.94	0.2040	1.35754	15.40
72.6754	61.66	0.4080	1.29999	2.53

77.0445	130.74	0.1632	1.23680	5.37
81.4963	60.38	0.3264	1.18011	2.48
89.6560	249.82	0.2040	1.09265	10.26

d. ZnO/Reduced graphene oxide 15%
Main Graphics, Analyze View

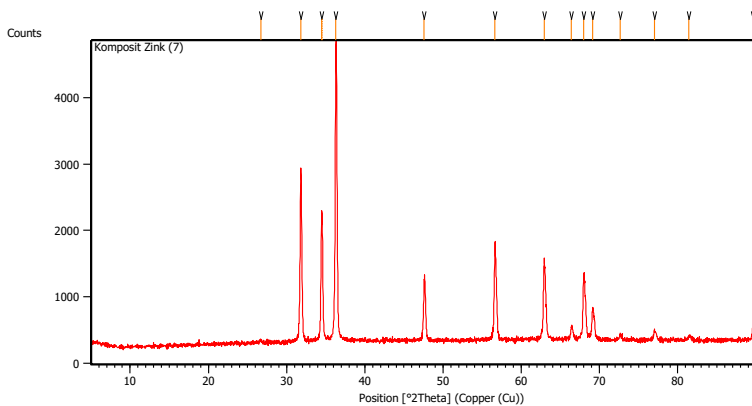


Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d- spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.7098	77.46	0.3346	3.33764	1.83
31.7845	2574.45	0.0836	2.81540	60.91
34.4431	1699.09	0.1020	2.60177	40.20
34.5841	1659.76	0.1338	2.59363	39.27
36.2859	4226.31	0.1836	2.47375	100.00
36.3900	3925.56	0.1020	2.47304	92.88
47.5705	879.92	0.1428	1.90995	20.82
47.7085	873.06	0.0816	1.90947	20.66
56.6082	1364.62	0.2040	1.62459	32.29
62.8948	1089.98	0.1428	1.47647	25.79
66.3841	189.14	0.1632	1.40708	4.48
67.9271	752.36	0.1632	1.37882	17.80
68.1762	672.71	0.1224	1.37780	15.92
69.1329	472.66	0.2856	1.35769	11.18
72.7139	61.33	0.4080	1.29939	1.45

76.9897	149.15	0.2040	1.23754	3.53
81.4018	79.71	0.2448	1.18124	1.89
89.6602	332.11	0.2040	1.09261	7.86

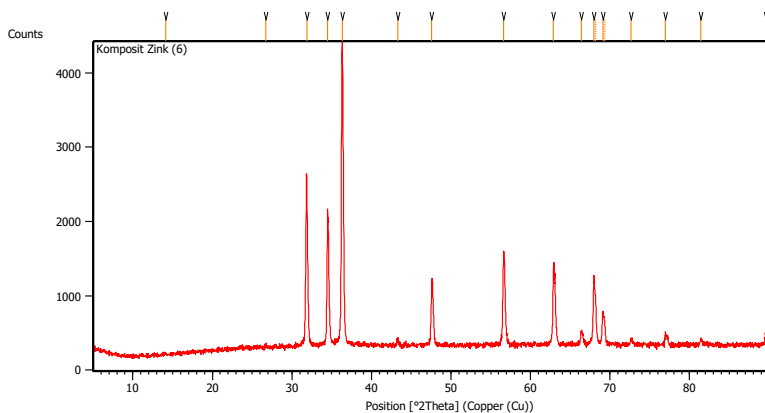
Main Graphics, Analyze View



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.6994	49.65	0.2007	3.33893	1.16
31.8131	2576.18	0.2007	2.81293	59.95
34.4748	1778.06	0.1632	2.59945	41.37
34.5802	1551.77	0.0816	2.59821	36.11
36.2960	4297.56	0.2652	2.47309	100.00
47.5664	850.94	0.1632	1.91010	19.80
56.6348	1452.91	0.1224	1.62389	33.81
62.9170	1137.83	0.1632	1.47601	26.48
66.4183	183.60	0.2856	1.40643	4.27
67.9565	972.82	0.1020	1.37830	22.64
69.1043	462.60	0.2040	1.35818	10.76
72.6401	78.71	0.4080	1.30053	1.83
76.9968	145.14	0.1224	1.23744	3.38
81.4087	53.66	0.3264	1.18116	1.25
89.6135	273.59	0.2448	1.09306	6.37

f. ZnO/Reduced graphene oxide 5%
Main Graphics, Analyze View



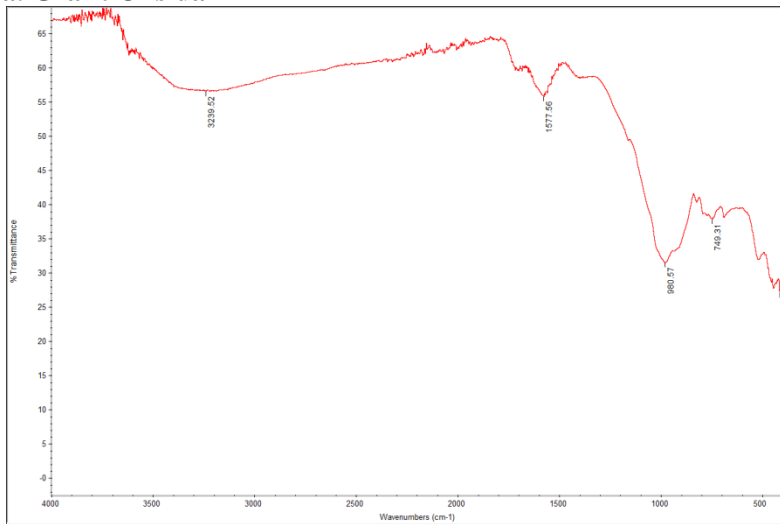
Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.1039	14.13	0.4684	6.27954	0.35
26.7320	38.14	0.2007	3.33492	0.93
31.8550	2325.39	0.2007	2.80933	57.01
34.4822	1612.25	0.1506	2.60106	39.52
36.3358	4079.18	0.2007	2.47251	100.00
43.2894	74.81	0.2676	2.09011	1.83
47.5854	834.89	0.0836	1.91096	20.47
56.6305	1266.02	0.1673	1.62534	31.04
62.8956	1015.06	0.1506	1.47768	24.88
66.3858	176.82	0.1673	1.40821	4.33
67.9722	929.62	0.1836	1.37801	22.79
68.1952	580.91	0.1224	1.37747	14.24
69.0819	428.31	0.1428	1.35856	10.50
69.3447	268.42	0.1632	1.35742	6.58
72.6646	67.42	0.4080	1.30015	1.65
76.9297	110.52	0.2040	1.23835	2.71
81.4280	88.45	0.2040	1.18093	2.17

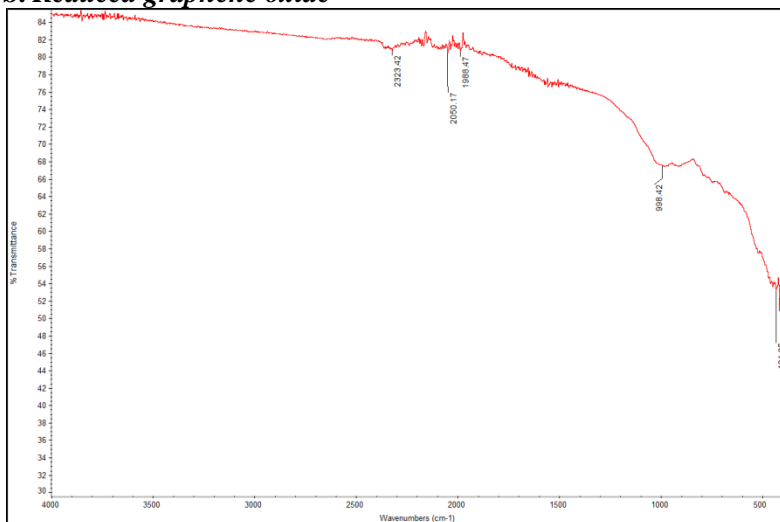
89.6233	257.49	0.2040	1.09297	6.31
---------	--------	--------	---------	------

II. Grafik FTIR

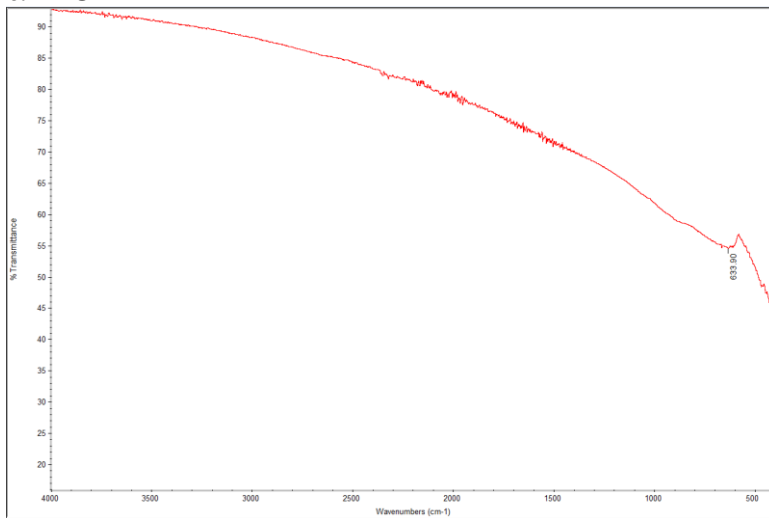
a. Grafit Oksida



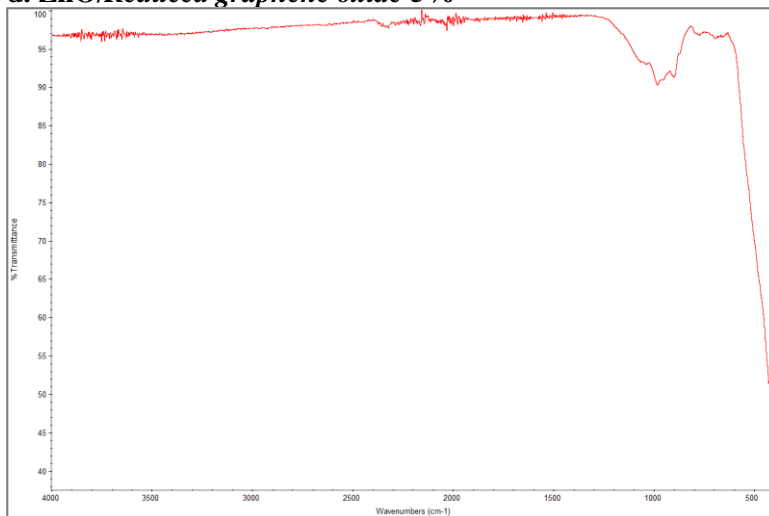
b. *Reduced graphene oxide*



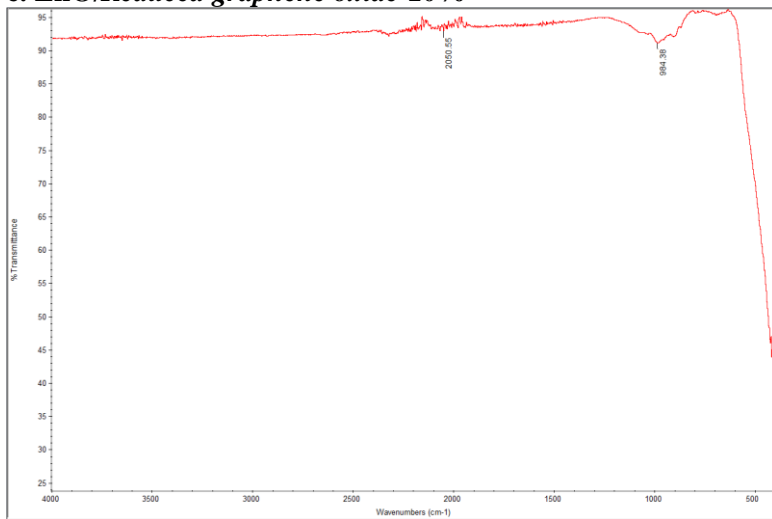
c. ZnO



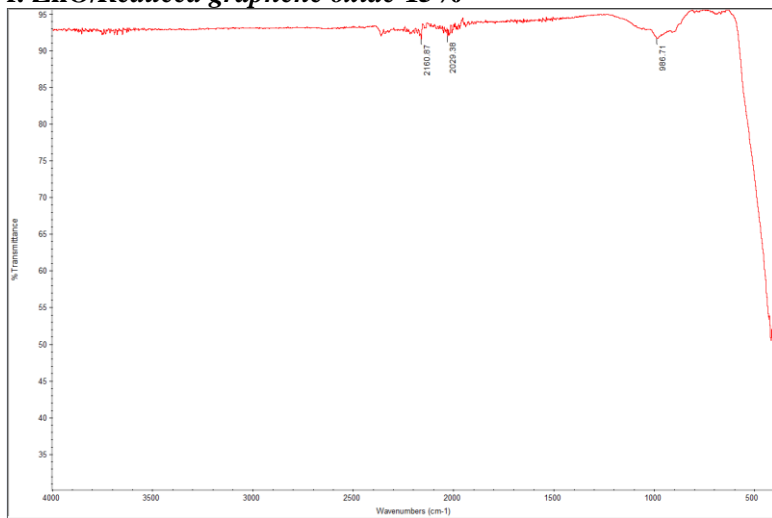
d. ZnO/Reduced graphene oxide 5%



e. ZnO/Reduced graphene oxide 10%

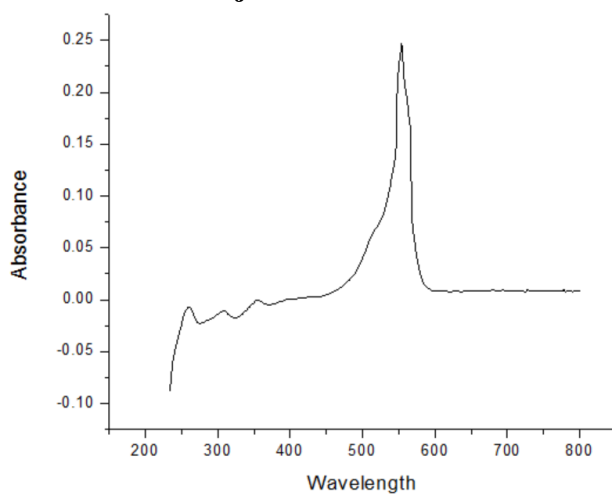


f. ZnO/Reduced graphene oxide 15%

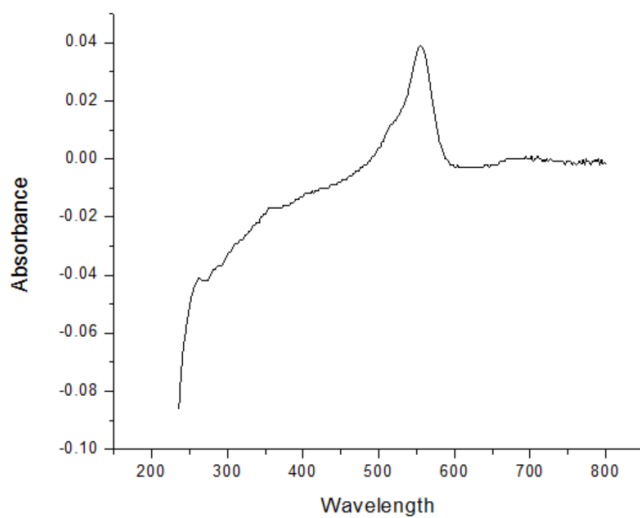


III. Grafik Pengujian UV-VIS

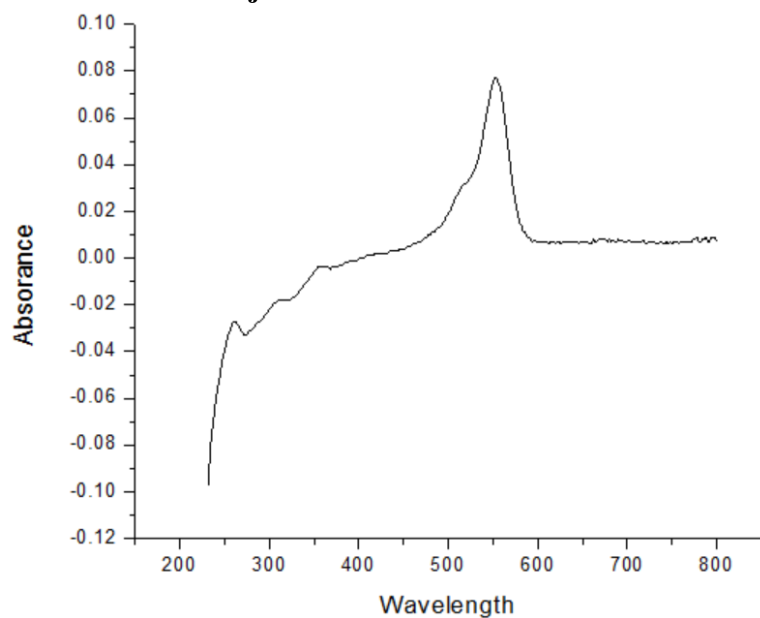
a. ZnO/rGO 0% 1 jam



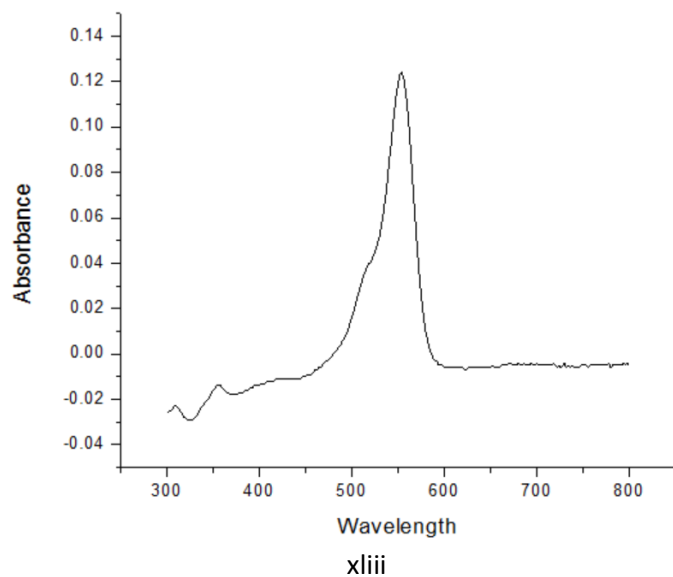
b. ZnO/rGO 5% 1 jam



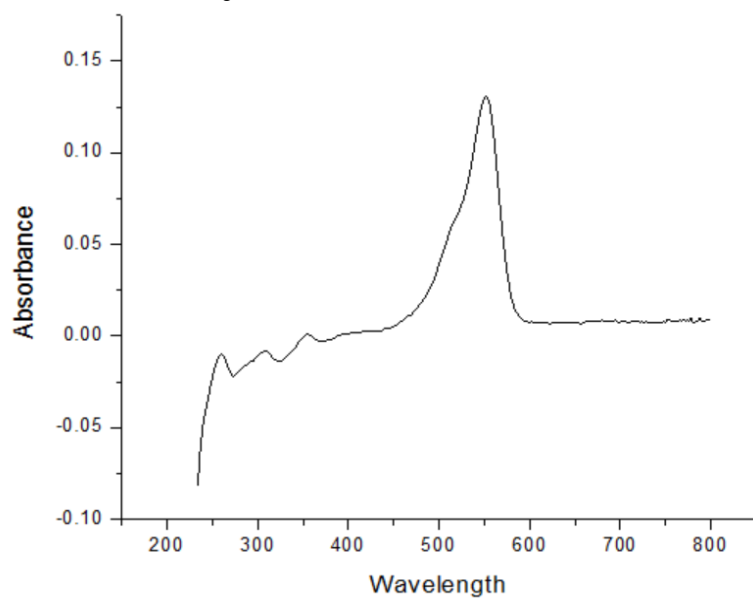
c. ZnO/rGO 10% 1 jam



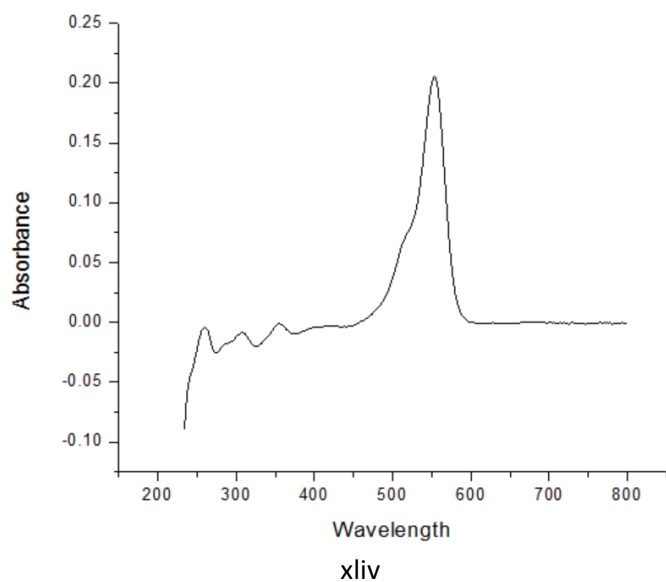
d. ZnO/rGO 15% 1 jam



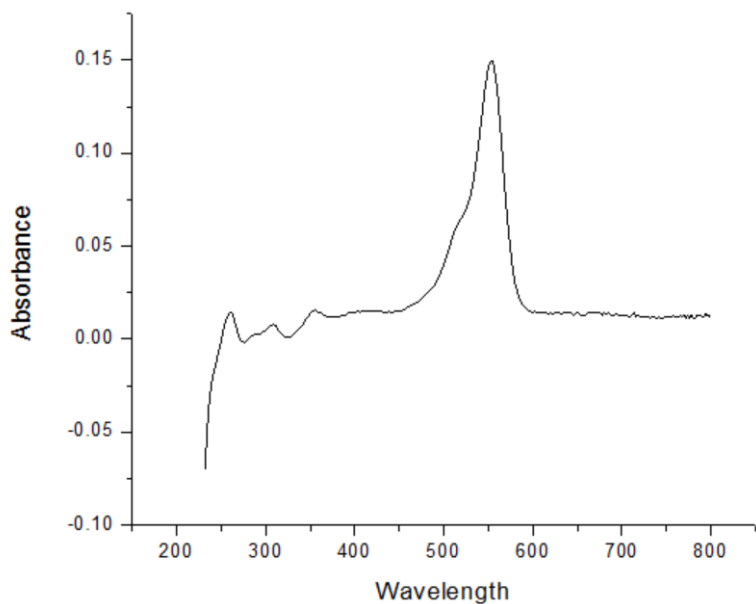
e. ZnO/rGO 0% 2 jam



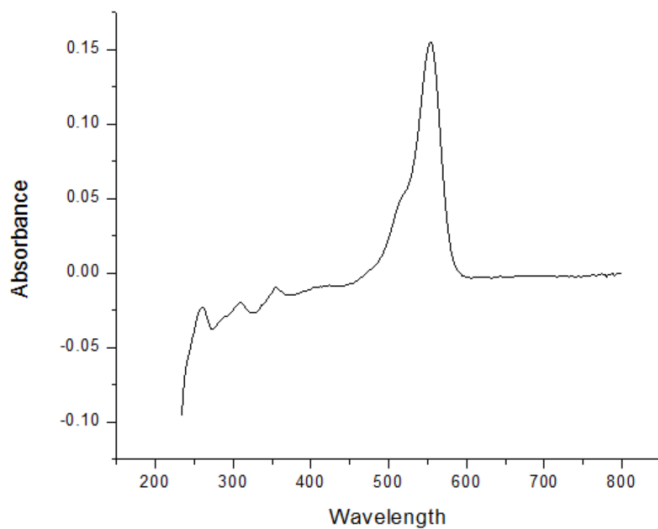
f. ZnO/rGO 5% 2 jam



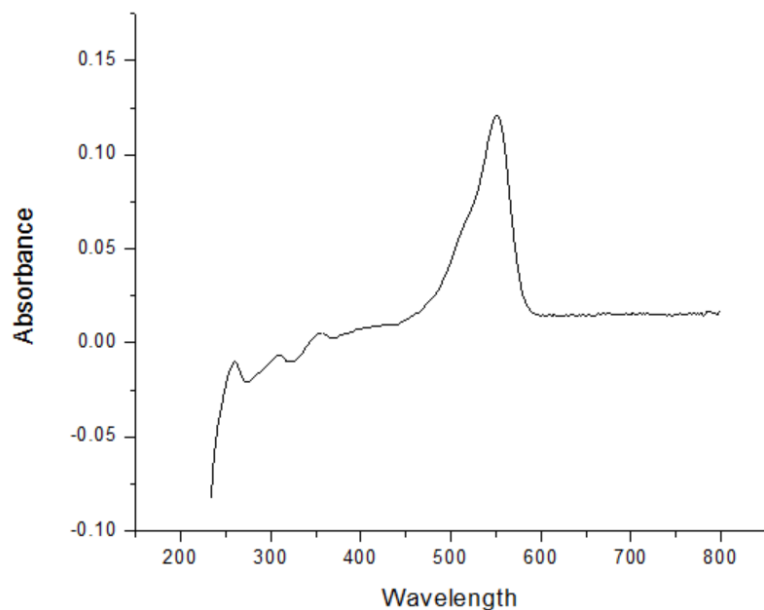
g. ZnO/rGO 10% 2 jam



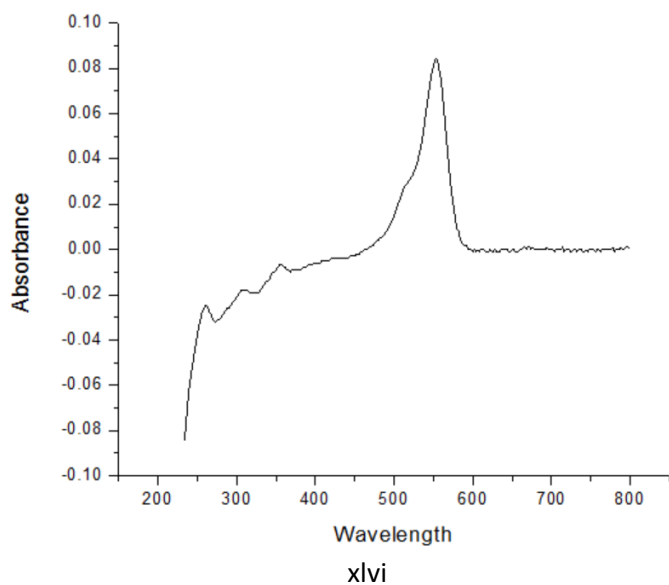
h. ZnO/rGO 15% 2 jam



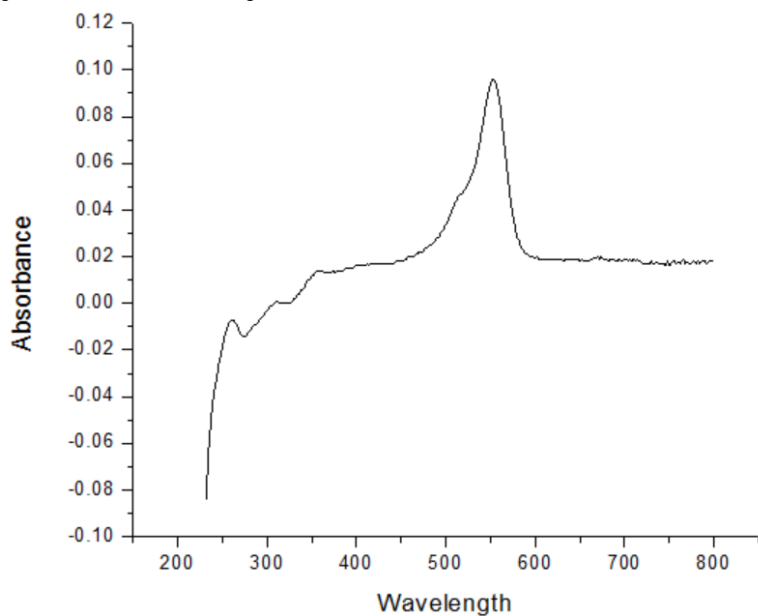
i. ZnO/rGO 0% 3 jam



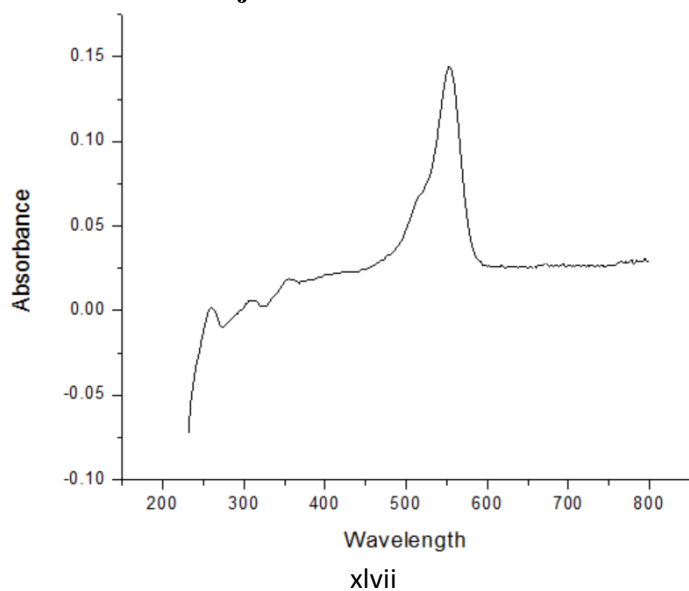
j. ZnO/rGO 5% 3 jam



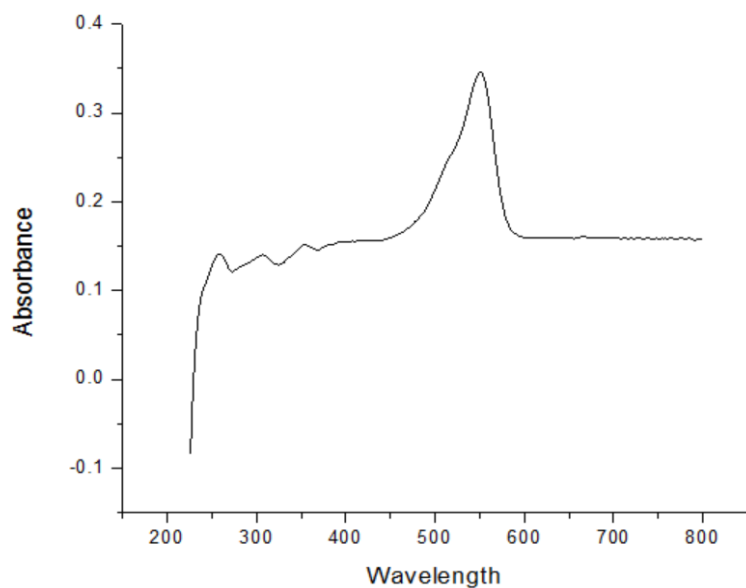
j. ZnO/rGO 10% 3 jam



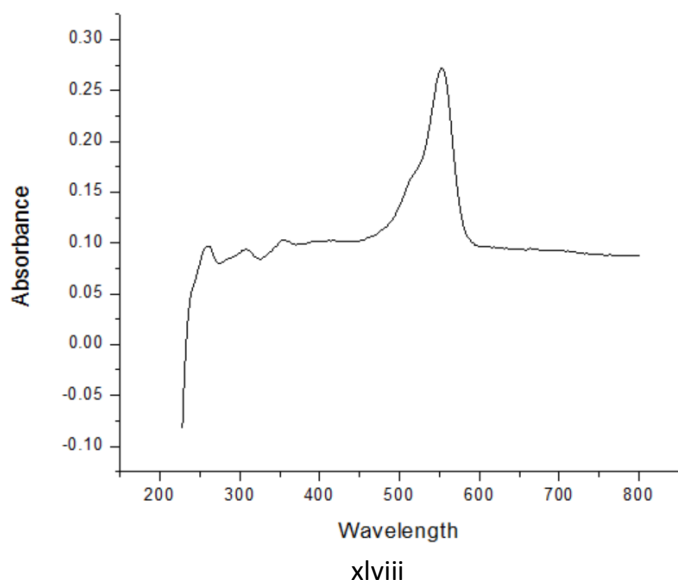
k. ZnO/rGO 15% 3 jam



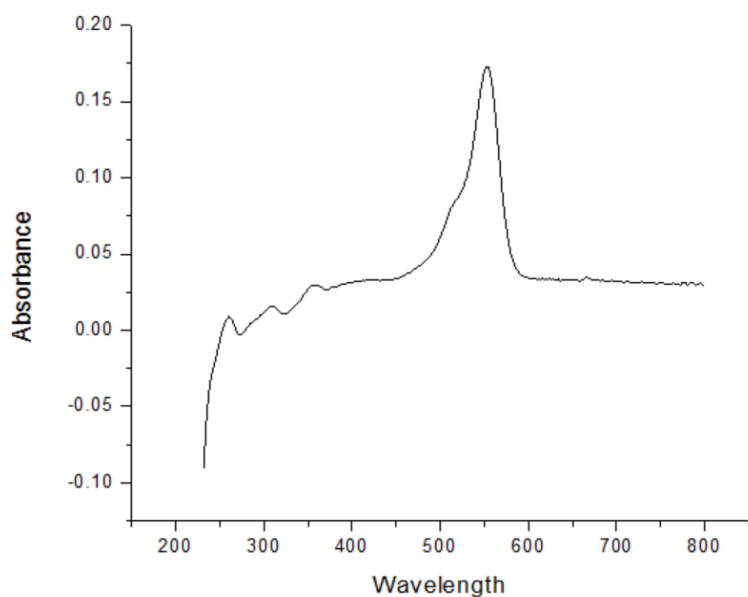
l. ZnO/rGO 0% 4 jam



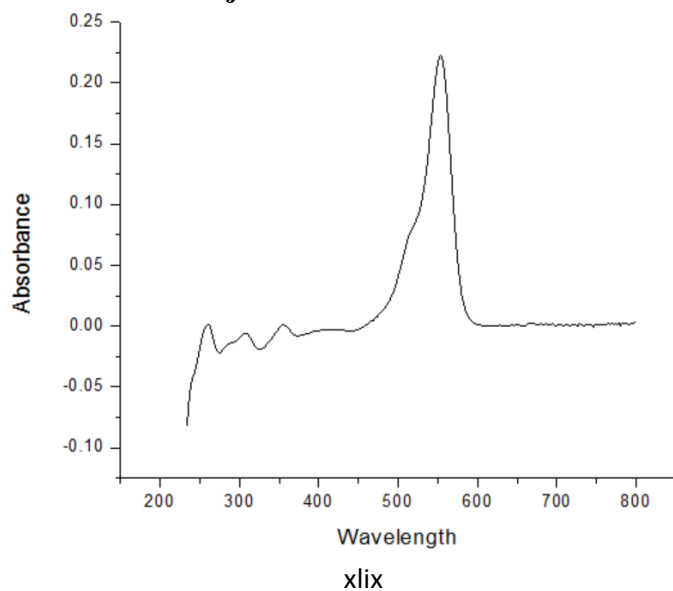
m. ZnO/rGO 5% 4 jam



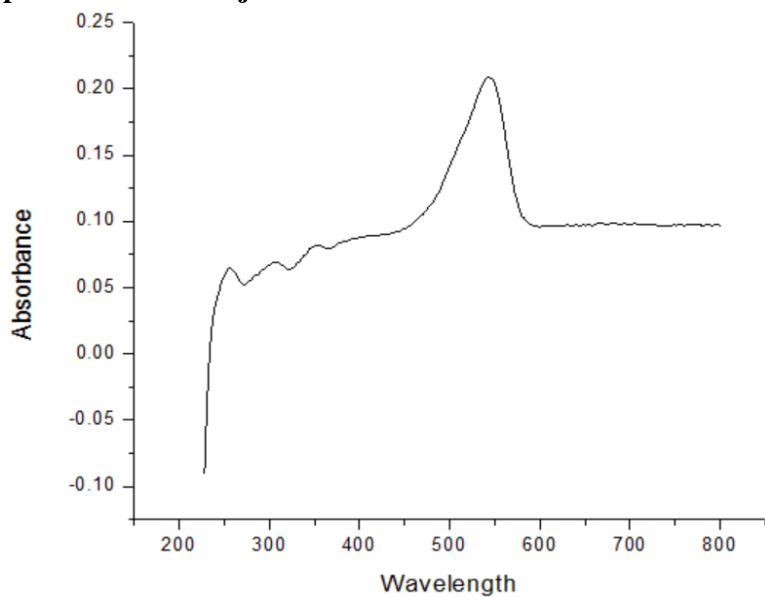
n. ZnO/rGO 10% 4 jam



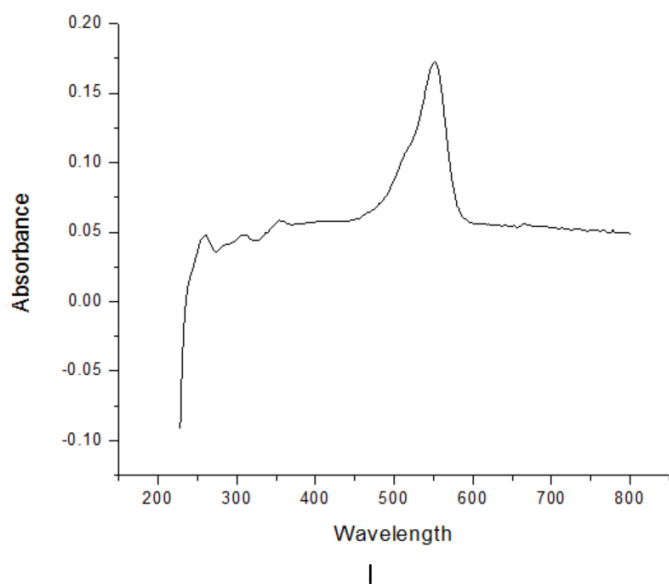
o. ZnO/rGO 15% 4 jam



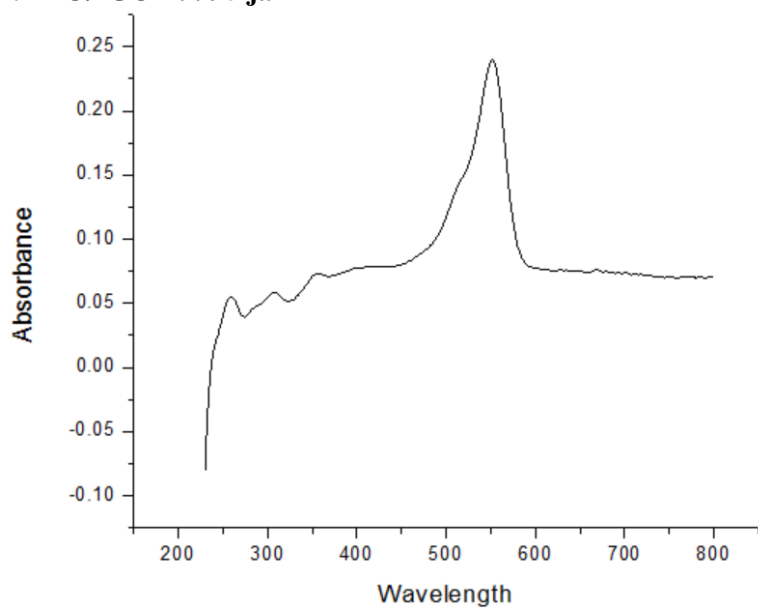
p. ZnO/rGO 0% 5 jam



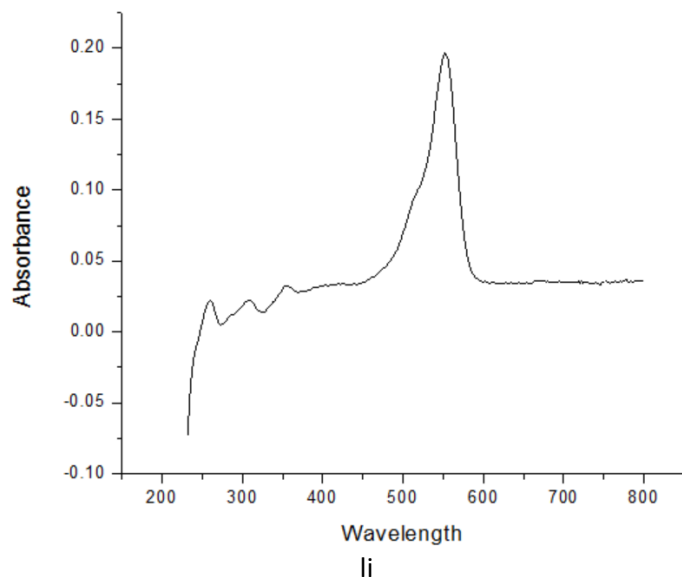
q. ZnO/rGO 5% 5 jam



r. ZnO/rGO 10% 5 jam



r. ZnO/rGO 10% 5 jam



IV. Perhitungan Regresi Linear.

$$y = a + bx$$

$$a = \frac{(\sum Y_i)(\sum X_i^2) - (\sum X_i)(\sum X_i Y_i)}{n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}$$

$$b = \frac{n \sum X_i Y_i - (\sum X_i)(\sum Y_i)}{n \sum X_i - (\sum X_i)^2}$$

x	y	xy	x ²	y ²
2	0.04	0.08	4	0.0016
4	0.097	0.388	16	0.009409
6	0.119	0.714	36	0.014161
8	0.18	1.44	64	0.0324
10	0.221	2.21	100	0.048841
12	0.247	2.964	144	0.061009
$\Sigma = 42$	0.904	7.796	364	0.16742

$$a = 0,004533$$

$$b = 0,02097$$

$$y = 0,02097x + 0,004533$$

$$R^2 = 0,9864$$

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Boy Bastian Pardede. Lahir di kota Nias pada tanggal 23 Februari 1996 dari ayah bernama Binsar Pardede dan ibu bernama Desita Silitonga. Penulis adalah putra kedua dari tiga bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SD RK Serdang Murni Lubukpakam, lalu SMP Negeri 1 Lubukpakam, lalu SMA RK Budi Mulia Pematangsiantar.

Penulis melanjutkan Pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh

Nopember Jurusan Teknik Material Fakultas Teknologi Industri. Semasa kuliah penulis aktif di berbagai kegiatan intra dan ekstra kampus antara lain pernah menjadi Project Manager Unit Kerja Khusus 2015/2016, kemudian Ketua Forum Daerah Mahasiswa Bona Pasogit (MBP) 2016/2017 dan berbagai kegiatan kepanitiaan. Penulis juga memiliki pengalaman magang di Pertamina *Refinery Unit V* Balikpapan dan ditempatkan di Divisi *Stationery Engineering*. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai material inovatif terkhususnya di bidang material terbarukan *reduced graphene oxide*.